



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

TVORBA DATABÁZE FT - IR SPEKTER HETEROGENNÍCH SYSTÉMŮ

CREATION OF DATABASE OF HETEROGENOUS SYSTEMS FT – IR SPECTRA

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

JAN HAJZLER

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. TOMÁŠ OPRAVIL, Ph.D.

BRNO 2014



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce:	FCH-BAK0757/2013	Akademický rok: 2013/2014
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Jan Hajzler	
Studijní program:	Chemie a chemické technologie (B2801)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)	
Vedoucí práce	Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.	
Konzultanti:	Ing. Petr Sedláček, Ph.D.	

Název bakalářské práce:

Tvorba databáze FT - IR spekter heterogenních systémů

Zadání bakalářské práce:

V současnosti existuje mnoho FT-IR databází spekter většinou čistých látek a to jak organických tak anorganických. Vzhledem ke skutečnosti, že drtivá většina analyzovaných vzorků je heterogenní povahy, bude taková databáze dobrým pomocníkem při vyhodnocování spekter některých vzorků. Databáze bude obsahovat primárně anorganické systémy a anorganické systémy dotované organickými i anorganickými aditivami.

Práce se bude rovněž zabývat vlivem zvolené metody měření na výsledek měření.

Termín odevzdání bakalářské práce: 23.5.2014

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Jan Hajzler
Student(ka)

Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2014

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Cílem bakalářské práce bylo vytvoření FT – IR databáze anorganických vzorků heterogenní povahy. Obsah teoretické části zahrnuje úvod do oblasti infračerveného záření a zobrazuje v ucelené formě teoretické podklady pro měření. Experimentální část se skládá ze dvou oblastí. První oblast se zabývá měřením IR spekter vybraných vzorků. Měřené vzorky jsou většinou na bázi oxidu křemičitého. Druhá oblast experimentální části studuje vliv zvolené metody měření na výsledek měření. Experiment zkoumá dvě metody měření IR spekter, a to měření pomocí KBr tablet a měření pomocí ATR nástavce. Obě metody byly měřeny ve střední infračervené oblasti a v daleké infračervené oblasti.

ABSTRACT

The aim of this thesis was to create a FT – IR database of heterogenous inorganic samples. The contents of the theoretical part include an introduction to infrared radiation and display the theoretical basis for measurement in a concise form. The experimental part consists of two areas. The first area focuses on the measurement of IR spectra of chosen samples. The measured samples are mostly based on silicon dioxide. The second area of the experimental part studies the influence of the selected method of measurement on the results of the measurement. The experiment examines two methods of measurement of the IR spectra, one being carried out with the use of KBr tablets and the other using the ATR accessory. Both of these methods were measured in the middle infrared and far infrared region.

KLÍČOVÁ SLOVA

Infračervená spektrometrie, KBr tablety, ART nástavec, databáze IR spekter

KEYWORDS

IR spectrometry, KBr tablets, ATR accessory, IR spectra database

HAJZLER, J. *Tvorba databáze FT – IR spekter heterogenních systémů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2014. 65 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis

Poděkování

Děkuji tímto vedoucímu bakalářské práce Ing. Tomáši Opravilovi, Ph.D. a konzultantovi Ing. Petru Sedláčkovi, Ph.D. za odborné vedení, čas, cenné rady a připomínky. Dále děkuji všem, kteří mi pomáhali s některými měřeními a celé mé rodině za poskytnutí důležitého zázemí potřebného pro vznik této bakalářské práce.

OBSAH

1	ÚVOD	7
2	TEORETICKÁ ČÁST	8
2.1	Spektroskopie	8
2.2	Infračervená spektroskopie	8
2.2.1	Historie	8
2.2.2	Teorie	8
2.2.3	Princip	9
2.2.4	Molekula jako harmonický oscilátor	10
2.2.5	Vibrace	11
2.2.6	Rotace	12
2.2.7	Rozdělení infračerveného spektra	12
2.3	Spektrum	13
2.4	Způsoby měření	13
2.4.1	Pevné skupenství	13
2.4.2	Kapalné skupenství	16
2.4.3	Plynné skupenství	16
2.5	Spektrometr	17
2.5.1	Propustné materiály	17
2.5.2	Zdroje záření	18
2.5.3	Detektory	18
2.5.4	Disperzní prvek	19
2.6	Spektrometr FTIR	19
2.6.1	Detektory	23
2.6.2	Albert Abraham Michelson	24
3	CÍL PRÁCE	25
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	26
4.1	Použité materiály	26
4.2	Použité přístroje	27
4.2.1	Nicolet iS 10 FT-IR Spectrometer	27
4.2.2	Nicolet iS 50 FT-IR Spectrometer	27
4.2.3	Hydraulický lis H-62	28
4.3	Postup měření	28
4.3.1	Postup při měření KBr tablet	28

4.3.2	Postup při měření ATR nástavcem.....	28
5	VÝSLEDKY A DISKUZE	29
5.1	Měření pomocí ATR nástavce ve FAR	29
5.2	Měření ATR nástavcem v MIR	37
5.3	Měření KBr tabletou ve FAR	45
5.4	Měření KBr tabletou v MIR	53
6	ZÁVĚR.....	61
7	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	62
8	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK	65

1 ÚVOD

Infračervená spektrometrie je analytická metoda, která se používá jak pro strukturní analýzu, tak pro identifikaci organických i anorganických látek. Neznámý vzorek, který je podroben této metodě není znehodnocen či pozměněn, proto se jedná o optickou nedestruktivní analytickou metodu. Analyzovat lze vzorek ve všech třech skupenstvích. Tato metoda zkoumá složení chemických sloučenin a jejich směsí na principu interakci infračerveného záření s molekulami, které tvoří studovanou chemickou látku. Výsledkem infračervené spektrometrie je originální spektrum. Neexistují dvě různé látky s identickými infračervenými spektry, proto je tato metoda vhodná nejen pro identifikaci. Z naměřených spekter se vytvářejí knihovny spekter, které obsahují velké množství již analyzovaných vzorků, ve kterých lze vyhledávat spektrum námi zkoumané látky.

Kromě kvalitativní analýzy lze tuto metodu použít i jako kvantitativní analýzu. Lze zde také uplatnit Bouguer – Lambert – Beerův zákon (1), avšak drobné odchylky od jeho platnosti zde existují a vznikají značným rozptylem a odrazem záření. Citlivost této metody je obecně větší než u elektroanalytických metod a lze také měřit vícesložkovou směs změřením jednoho spektra. Tato skutečnost však není předmětem studia této bakalářské práce.

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l, \quad (1)$$

kde A je bezrozměrná absorbance, ε je konstanta nazývaná molární absorpční koeficient v $\frac{l}{cm \cdot mol}$, c je látková koncentrace v $\frac{mol}{l}$ a l je délka v cm . [1]

Bakalářská práce se zabývá měřením infračervených spekter anorganických sloučenin a tvorbou knihovny spekter. Ta bude vhodným pomocníkem právě při identifikaci neznámého vzorku. V bakalářské práci je studován vliv jednotlivých vybraných metod měření na výsledku konečného spektra dané chemické sloučeniny. Spektra jsou měřena pomocí spektrometrů s Fourierovou transformací (FTIR spektrometry).

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Spektroskopie

Spektroskopie je věda, která se zabývá interakcí elektromagnetického záření s hmotou. Tyto interakce mohou zahrnovat přechody mezi určitými energetickými stavy, které sledujeme jako absorpci nebo emisi elektromagnetického záření. Jiné interakce, jako jsou reflexe, refrakce, difrakce a některé typy rozptylu, nezahrnují přechody mezi energetickými stavy, ale způsobují změny v optických vlastnostech záření, například změnu směru polarizace. [2]

2.2 Infračervená spektroskopie

2.2.1 Historie

Existenci infračerveného spektra objevil v r. 1800 britský astronom Sir William Herschel (1738–1822). Optickým hranolem rozložil sluneční světlo na jednotlivé barvy. Při svých experimentálních pokusech přišel na skutečnost, že teploměr umístěný za červenou oblastí optického spektra ukazuje zvýšenou teplotu. Do rozloženého barevného spektra proto vložil sadu rtuťových teploměrů. Měřená teplota v místě jednotlivých barev byla rozdílná, a to vyšší směrem k červené straně spektra. Herschel posunul teploměr ještě dále, tedy za červený okraj viditelného spektra a zjistil, že se zde teplota opět zvýšila a dokonce dosahuje nejvyšších hodnot. To dokazovalo, že zde musí existovat jakési neviditelné záření, které přenáší teplo. A protože se toto záření nachází za viditelným červeným pásem, bylo později nazváno infračerveným (z latinského *infra* = pod). Původní spektrometry pracující na principu rozkladu světla neumožňovaly analýzu silně absorbujících matric, proto analýza pevných vzorků byla většinou omezena jen na práškové materiály, které byly měřeny ve formě směsi s halogenidy alkalických kovů lisované do tenkých tablet, či smíchané se speciálním olejem (nujol). S rozvojem výpočetní techniky v 80. letech 20. století dochází k praktickému rozšíření infračervených spektrometrů s Fourierovou transformací (FTIR spektrometrie). Více o spektrometrech a jejich instrumentaci bude pohovořeno v dalších kapitolách. [3][4]

2.2.2 Teorie

Obecně lze spektrometrii rozdělit do dvou skupin, dle zkoumané interakce světelného záření se vzorkem. Rozlišujeme spektrometrii absorpční a emisní. Absorpční spektrometrie zkoumá množství záření, které látka absorbovala, zatímco emisní spektrometrie zjišťuje, kolik záření vzorek po své excitaci vyzářil. Excitace lze dosáhnout chemickou reakcí, tepelnou energií nebo světelným zářením, jehož obecná reakce je uvedena vzorcem (2). Infračervená spektrometrie je optická nedestruktivní analytická metoda.



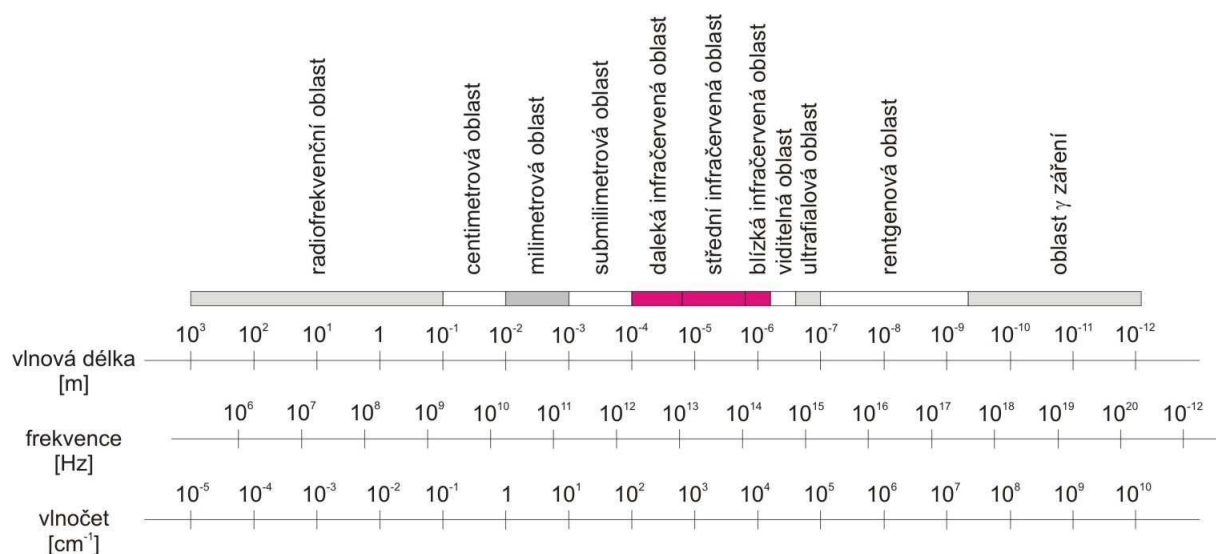
V infračervené spektrometrii se využívá část spektra elektromagnetického záření v intervalu 0,78–1 000 μm , což odpovídá rozsahu vlnočtů 12 800–10 cm^{-1} . Vlnocet je nejpoužívanější jednotka v infračervené spektrometrii. Tato veličina je svázána s vlnovou délkou dle vztahu (3) a s frekvencí dle vztahu (4). Ve vlnových délkách odpovídá infračervené spektrum 800 nm až 0,5 mm. Tyto uvedené rozsahy je však nutno brát s určitou rezervou, neboť neexistují přesně dané hranice jednotlivých oblastí elektromagnetického spektra.

Z tohoto důvodu byly zvoleny definiční meze, které se v různých literárních pramenech mohou nepatrně lišit (Obr. 1). Infračervené spektrum tak na jedné straně navazuje na viditelné spektrum a na straně druhé přechází na mikrovlnné záření.

$$\tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda}, \quad (3)$$

$$\tilde{\nu} = \frac{\nu}{c}, \quad (4)$$

kde $\tilde{\nu}$ je vlnčet (cm^{-1}), λ je vlnová délka v (m), ν je frekvence v (Hz) a c je rychlost světla ve vakuu v (m/s^{-1}). [1][5][6]



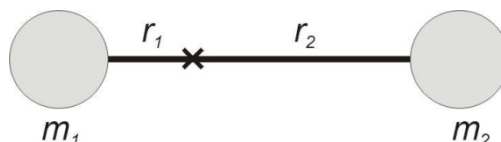
Obrázek 1: Spektrum elektromagnetického záření. [5]

2.2.3 Princip

Energie infračerveného záření není dostatečná na excitaci elektronů v molekulových orbitalech, způsobuje pouze změny vibračních a rotačních stavů molekul. Změnu vibračního stavu lze chápat jako zvětšení amplitudy vibrace dané molekuly a změnu rotačního stavu lze z klasického pohledu vnímat jako zrychlení rotace molekuly. Z tohoto důvodu jsou infračervená absorpční spektra vibračně – rotační. Principem metody je absorpce infračerveného záření při průchodu daným vzorkem, při nichž dochází ke změnám právě rotačně vibračních energetických stavů v závislosti na změnách dipólového momentu. Tento proces vzniká z důvodu existence chemické vazby mezi atomy, která není rigidní. Vazby tak vykazují určitou pružnost, proto dochází k různým vibracím. Vibrační pohyb lze chápat z pohledu klasické fyziky jako periodickou změnu mezijaderné vzdálenosti mezi jednotlivými atomy. Obecně má n atomová molekula $3n$ stupňů volnosti. Tři z nich jsou určeny pro translační pohyb těžiště molekuly ve směru os x , y a z a další tři jsou určeny pro popis jejího rotačního pohybu. V případě lineární molekuly jsou to pouze dva směry, kdy dva rotační momenty ve směru os x , y a z , jsou totožné. Číslo $3n-6$ ($3n-5$ v případě lineární molekuly) tedy zbývá na vibrační pohyby molekuly. V případě dvouatomové molekuly existuje zde jediný vibrační stupeň volnosti připadající na natahování vazby mezi oběma atomy. Jednoduchý popis pohybu je vyjádřen pomocí vzorce (5).

$$q = r - r_e, \quad (5)$$

kde r je okamžitá a proměnná vzdálenost, r_e je rovnovážná konstanta molekulového geometrického parametru a q je vibrační souřadnice, pomocí které je možno popisovat valenční vibraci v dané dvouatomové molekule (Obr. 2). Čistě vibrační přechody se projevují v tuhém stavu, kde je přítomna krystalická mřížka, která způsobí, že molekula nemůže rotovat. [4][5][6][7]



Obrázek 2: Dvouatomová molekula jako harmonický oscilátor, kde těžiště je znázorněno znakem x. [5]

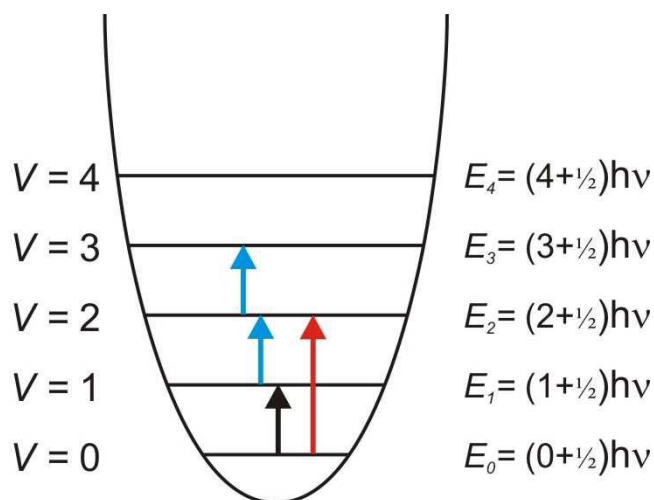
2.2.4 Molekula jako harmonický oscilátor

Za předpokladu molekuly jako harmonického oscilátoru dochází k absorpci záření při změně kvantového vibračního čísla ν o $\nu = \pm 1$. Během vibrací vždy dochází ke změně permanentního dipólového momentu, což vyplývá jako podmínka z kvantové chemie. Intenzita absorpční linie je úměrná čtverci náboje a tím tedy souvisí s již uvedenou změnou dipólového momentu molekuly během vibrace atomů. Energie vibrující molekuly však nemůže nabývat libovolných hodnot, je však kvantována (Obrázek 3), což vyplývá z řešení Schrödingerovy rovnice (6). Řešením této diferenciální rovnice druhého řádu dostáváme pro analytickou chemii velmi potřebnou energii jednotlivých vibračních stavů (7). [5][7]

$$-\left(\hbar^2 / 2\mu\right) \frac{\partial^2 \psi_v}{\partial q^2} + \frac{1}{2} k q^2 \psi_v = E_v \psi_v, \quad (6)$$

$$E_{\text{vib}} = \left(\nu + \frac{1}{2} \right) h\nu, \quad (7)$$

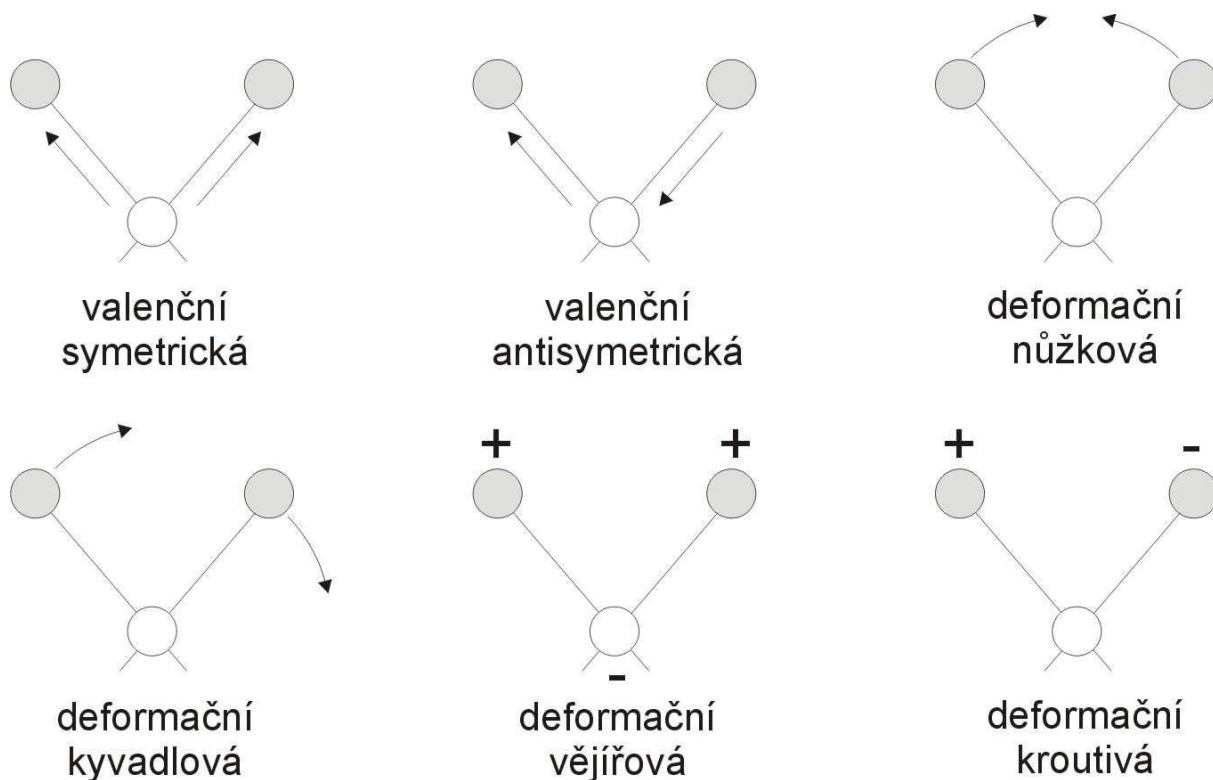
kde ν je vibrační kvantové číslo, které může nabývat pouze hodnot 0, 1, 2, 3, 4..., ν je frekvence ν (Hz).



Obrázek 3: Znáznornění energetických hladin a vibračních přechodů harmonického oscilátoru. [5]

2.2.5 Vibrace

Vibrace molekuly z pohledu klasické fyziky jsou popisovány jako změny délek vazeb a změny velikosti svíraných úhlů. Vazbu si lze představit jako pružinu. Energie vibračních přechodů závisí na pevnosti vazby a na hmotnosti atomů, které vazba přitahuje. Základní vibrace se dělí do jednotlivých skupin podle toho, jaké změny v molekule probíhají. Pokud se při vibraci mění vzdálenost mezi atomy beze změny vazebné osy či vazebného úhlu, jedná se o vibraci valenční, která se dále rozděluje na symetrickou a asymetrickou. Pokud však v molekule dochází ke kontinuální změně vazebného úhlu, hovoříme o vibraci deformační, která se dělí dle roviny vibrace na rovinné a mimorovinné. Při mimorovinné vibraci vibruje jeden atom mimo rovinu, ve které se nacházejí ostatní atomy. Tyto vibrace se následně rozlišují podle způsobu prováděného vibračního pohybu. Rozeznáváme tedy rovinné deformační vibrace na nůžkové a kyvadlové (kolébavé) a mimorovinné deformační vibrace na vějířové (kývavé) a kroutivé. Jednotlivé vibrace popisuje (Obr. 4). [5][6][8]



Obrázek 4: Znázornění některých vibračních pohybů molekuly z pohledu klasické fyziky. [5]

Vibrace se mohou dále dělit:

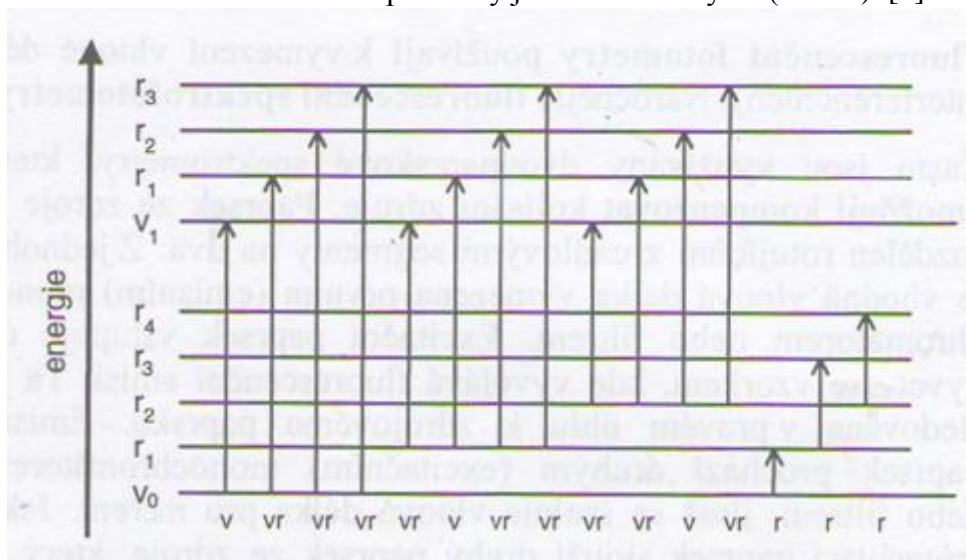
- Fundamentální vibrace, které odpovídají přechodům do vibračního stavu s kvantovým číslem $v = 1$.
- Normální vibrace, které odpovídají takovému počtu na sobě nezávislých vibrací, kolik je stupňů volnosti. Každé normální vibraci odpovídá absorpční maximum v oblasti o mezích 2,5–15 μm .
- Degenerované vibrace, které se vyznačují tím, že molekula koná dva i více vibračních přechodů o stejné frekvenci v molekulách s velmi vysokým stupněm symetrie.

- Svrchní vibrace, které odpovídají $2\tilde{\nu}$, $3\tilde{\nu}$ a posouvají se do blízké infračervené oblasti. Tyto vibrace znázorňují přechody ze základního stavu $\nu = 0$ do vibračního stavu 2, 3 ... ($\Delta\nu = 2, 3$). Avšak tyto přechody jsou velmi slabé.
- Kombinační přechody odpovídají současně změně dvou vibračních kvantových čísel.
- Valenční a deformační vibrace, které již byly popsány v předchozím odstavci.

Sloučeniny, jež mají nulový dipólový moment, nemají žádná infračervená absorpční maxima. Příkladem mohou být homonukleární molekuly O_2 či N_2 . Symetrické molekuly vykazují jen chudé infračervené spektrum. Existují příklady, kdy i molekula s dipólovým momentem, který se rovná nule, absorbuje infračervené záření. Ukázkou tohoto příkladu je molekula CO_2 , u které dochází k asymetrické vibraci. [7]

2.2.6 Rotace

Energie molekuly, která rotuje kolem svého těžiště, závisí především na hmotnosti jednotlivých vázaných atomů a také na délce vazby mezi zúčastněnými atomy molekuly. Tyto přechody však mají v analytické chemii menší význam. V plynech se dají měřit dobře, avšak v kapalinách či pevných vzorcích tyto přechody splývají v kontinuum v důsledku srážek molekul a dalších interakcí. Jednotlivé přechody jsou znázorněny na (Obr. 5). [6]



Obrázek 5: Schéma některých vibračních (v), vibračně-rotačních (vr) a rotačních (r) přechodů v molekule. [6]

2.2.7 Rozdělení infračerveného spektra

Infračervené spektrum se rozděluje do tří na sebe navazujících oblastí [5][9]:

- Blízká infračervená oblast s vlnočtem $12\,800\text{--}4\,000\text{ cm}^{-1}$ tj. $0,78\text{--}2,5\text{ }\mu\text{m}$. Tato oblast se také nazývá NIR (z anglického near infrared).
- Střední infračervená oblast s vlnočtem $4\,000\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ tj. $2,5\text{--}50\text{ }\mu\text{m}$. Tuto oblast najdeme také v literatuře pod názvem MIR (z anglického middle infrared).
- Daleká infračervená oblast s vlnočtem $200\text{--}10\text{ cm}^{-1}$ tj. $50\text{--}1\,000\text{ }\mu\text{m}$. Tato oblast se uvádí také pod názvem FIR (z anglického far infrared).

Většina z těchto přechodů se odehrává ve střední infračervené oblasti spektra. V tomto rozsahu se sloučeniny projevují největším počtem absorpčních pásů. Pro identifikaci

anorganických sloučenin má proto největší význam. Oblast vlnočtů, ve které absorbují organické látky infračervené záření je možno rozdělit na dvě části. První je oblast okolo $4\,000\text{--}1\,500\text{ cm}^{-1}$, ve které nalezneme absorpční pásy funkčních skupin. Vlnočty absorbujících funkčních skupin jsou zde specifické a na zbytku molekuly spíše nezávisí. Oblast vlnočtu okolo $600\text{--}1\,500\text{ cm}^{-1}$ je typická pro organické látky (oblast „otisku palce“). V rozmezí těchto vlnočtů se nacházejí pásy deformačních vibračních skupin, které jsou značně ovlivněny okolními vazbami a celkovou strukturou molekuly, to znamená, že zde nalezené pásy jsou pro každou sloučeninu naprosto charakteristické. To nám umožňuje jejich přesnou identifikaci a srovnání s katalogizovanými spektry. I tyto mezní hodnoty vlnočtů jsou v různých literárních pramenech uváděny s jistou odchylkou. [6][11][10]

2.3 Spektrum

Analytickým výstupem je infračervené spektrum, které je grafickým zobrazením funkční závislosti energie, většinou vyjádřené v procentech transmittance, reflektance nebo jednotkách absorbance na vlnové délce či vlnočtu dopadajícího záření. Pokud aktuální frekvence záření zdroje odpovídá určitému energetickému rozdílu hladin, dojde k absorpci v infračerveném spektru a objeví se absorpční pás. Transmittance neboli propustnost (T), je definována jako poměr intenzity záření, které prošlo vzorkem, k intenzitě záření vycházejícího ze zdroje (8). Absorbance (A) je definována jako dekadický logaritmus $1/T$ (9) a případně reflektance (R), která je definována jako podíl intenzity záření odraženého vzorkem, k intenzitě záření vycházejícího ze zdroje (10). Závislost energie na vlnové délce je logaritmická, z tohoto důvodu se používá vlnočty, který je definován právě jako převrácená hodnota vlnové délky. Uvedená závislost energie na vlnočtu bude lineární funkcí $\tilde{\nu}$.

$$T = \frac{\phi}{\phi_0}, \quad (8)$$

$$A = \log \frac{\phi_0}{\phi} = -\log T, \quad (9)$$

$$R = \frac{\phi_{\text{odraž}}}{\phi_0}, \quad (10)$$

kde ϕ je intenzita záření vycházejícího ze zdroje, ϕ_0 je intenzita záření, které prošlo zkoumaným vzorkem a $\phi_{\text{odraž}}$ je intenzita záření odražená vzorkem. [4][5][12]

2.4 Způsoby měření

Infračervená spektra lze měřit v plynném, kapalném i pevném skupenství. Vzorek může být anorganického, organického i biologického původu.

2.4.1 Pevné skupenství

2.4.1.1 KBr tablety

Pevné vzorky bývají velmi často mlety v malém vibračním mlýnu s vysušeným bromidem draselným (dále jen KBr). Tento výsledný, dokonale homogenní prášek je poté lisován do tenké tablety, která je následně analyzována. Poměr vzorku ke KBr je v řádu stonásobku. Použití kyvety není nutné, neboť tableta se umístí přímo do dráhy paprsku. Tato

metoda vyžaduje precizní provedení. Homogenizovaný prášek musí být dávkován do lisu na tablety rovnoměrně, jinak tableta praská. Tato metoda patří do skupiny transmittančních technik. Do této skupiny náleží i nujolová technika či příprava tenkého filmu, kdy se rozpouštědlo nechá odpařit.

2.4.1.2 ATR technika

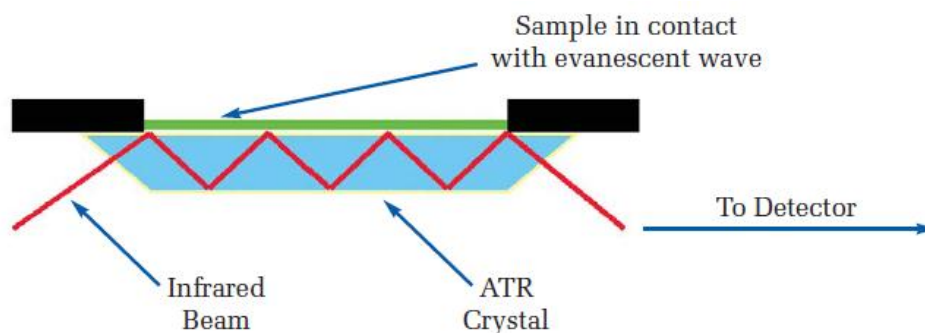
Pro měření vzorků, které silně absorbují infračervené záření, jako jsou vodné roztoky a emulze je výhodná technika zeslabené totální reflektance (ATR – Attenuated Total Reflectance). Touto technikou můžeme velmi rychle měřit i práškové vzorky. Jedná se o účinnou rychlou metodu, která vyžaduje minimální přípravu vzorku pro analýzu. ATR analýza vzorků FTIR spektrometrií je rychlá, může být automatizována a eliminuje použití toxických rozpouštědel. Technika je založena na principu násobného úplného odrazu záření na fázovém rozhraní měřeného vzorku a měřicího krystalu z materiálu o vysokém indexu lomu. Krystal je většinou planární, ve tvaru lichoběžníkového hranolu. Svazek paprsků je přiveden do krystalu soustavou zrcadel tak, aby úhel dopadu na fázové rozhraní vyhověl podmínce totálního odrazu. Měřený vzorek je v dokonalém kontaktu s ATR krystalem a záření proniká částečně do analyzovaného materiálu. Pokud měřený vzorek absorbuje záření o určité frekvenci, pak tato složka bude v totálně odraženém světle zeslabena. Penetrační hloubka do povrchu vzorku je řádově v jednotkách mm, to znamená, že charakterizujeme pouze velmi tenké povrchové vrstvy, avšak vzhledem k násobnému odrazu na fázovém rozhraní získáme velmi kvalitní spektrum, ekvivalentní transmisnímu spektru měřenému při tloušťce vzorku řádově desítek mm. Používají se krystaly např. ze ZnSe, AgCl, Si, Ge. ATR spektrum vzorku je ovlivněno vlnovou délkou infračerveného záření, poměrem indexů lomu měřeného vzorku a ATR krystalu, efektivní dráhou záření, úhlem dopadu záření na fázové rozhraní a kontaktem mezi měřeným vzorkem a ATR krystalem. Výsledná hloubka penetrace záření do vzorku je definována vztahem (11) a názorně zobrazena na (Obr. 6).

$$d_p = \frac{\lambda}{2 \cdot \pi \cdot \sqrt{\sin^2 \theta - \left(\frac{n_v}{n_k}\right)^2}}, \quad (11)$$

kde d_p je hloubka průniku záření, λ je vlnová délka záření, θ je úhel dopadu záření na fázové rozhraní, n_v a n_k jsou indexy lomu vzorku a krystalu. Aby došlo k úplnému vnitřnímu odrazu, musí být úhel dopadu větší než kritický úhel θ_c , který je definován vztahem (12).

$$\theta_c = \sin^{-1} \cdot \frac{n_v}{n_k} \quad (12)$$

Z uvedených výrazů je patrné, že penetrační hloubka infračerveného záření do vzorku závisí na vlnové délce záření. S vlnovou délkou záření se zvyšuje hloubka penetrace. Z toho plyne, že se relativní intenzity pásů ve spektru snižují s rostoucími hodnotami vlnočtů ve srovnání se spektry v transmittančním modu. Tento jev je matematicky kompenzován a tato ATR korekce je součástí softwarového vybavení FTIR spektrometrů. [4][13]



Obrázek 6: Vícenásobná reflexe ATR systému. [14]

2.4.1.3 Zrcadlová technika

Spekulární (zrcadlová) reflektanční technika je založená na měření změny intenzity záření odraženého od lesklé podložky, na které je umístěn nebo nanesen vzorek. Spekulární reflexe je ta část odraženého záření, která splňuje Snellův zákon, tj. úhel odrazu se vzhledem k makroskopické rovině vzorku rovná úhlu dopadu. Intenzita odraženého paprsku od povrchu je závislá na úhlu dopadu záření, optických a absorpčních vlastnostech vzorku a také na povrchu analyzovaného materiálu. Obecně platí, že se zvyšujícím se úhlem dopadajícího záření se zvyšují intenzity pásů. Reflexní-absorpční dráha paprsku je dvojnásobná oproti transmittanční dráze, která je dána tloušťkou vzorku, proto je citlivost techniky 10x–20x vyšší než transmittanční technika. Touto technikou bývají analyzovány tenké filmy materiálů nanesených na kovových podložkách a vzorky, které nemohou být měřeny na průchod nebo jinými technikami. Srovnávací spektra (background spectrum) jsou obvykle získána proměřením spektra zrcátka nebo kovového materiálu, na kterém je umístěna analyzovaná vrstva vzorku. [4][13]

2.4.1.4 DRIFT technika

Vhodnou metodou pro vzorky s nerovným a nepravidelným povrchem nebo práškové látky je difúzní reflektance zvaná DRIFT (diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy). Oproti spekulární reflektanci je zde měřena difúzně rozptýlená složka záření. Pokud z daného vzorku nerozpustného v běžně používaných rozpouštědlech nelze připravit tenkou folii nebo práškový vzorek, je k dispozici právě DRIFT technika, která je založena v adjustaci vzorku na papírový kotouček obsahující na svém povrchu práškový karbid křemíku. Vzorek je nanesen na brusnou vrstvu a výsledná vrstva je změřena. Infračervené spektrum SiC je možno posléze digitálně odečíst. [4]

2.4.1.5 Nujolová technika

Další metodou je nujolová technika, při které je práškový vzorek homogenizován s malým množstvím parafinového oleje. Výsledná suspenze je poté měřena mezi dvěma KBr či NaCl okénky ve formě velmi tenké vrstvy. Protože parafinový olej absorbuje v oblasti valenčních a deformačních vibrací C-H vazeb, je měření v Nujolu vhodné doplňovat měřením v oleji Fluorolube, což je polymer $-(CF_2-CFCl)-$. Záporem této metody je velmi nesnadné dosažení stejné tloušťky vrstvy, proto se technika nedoporučuje používat při kvantitativní analýze. [4]

2.4.1.6 Další techniky

- Pevné vzorky, které jsou rozpustné v tradičních rozpouštědlech, jsou měřeny v běžných kyvetách, které jsou určeny pro kapalné vzorky.

- Další možností je příprava tenkého filmu vzorku jeho rozpuštěním v určitém rozpouštědle. Rozpouštědlo je následně odpařeno a lze změřit IR spektrum. Metoda se používá, pokud vzniká mikrokrystallická nebo sklovitá fáze. Výhodná je i proto, že se používá v případech, kdy se pro vzorek nedá najít rozpouštědlo s vlastnostmi vhodnými pro infračervenou spektrometrii. [8]

2.4.2 Kapalné skupenství

2.4.2.1 Circle Cell technika

V současnosti se také uplatňuje technika úplné reflektance (ATR), takzvaná Circle Cell, vhodná pro vodné roztoky. Metoda Circle Cell (Cylindrical Internal Reflection) využívá kombinaci konkávního toroidálního zrcadla a konvexního konického zrcadla. Tato zrcadla vnesou paprsek na ATR krystal pod úhlem 45° . Obdobný tvar zrcadel je na konci cely a tato zrcadla usměřují záření na detektor. Bez vzorku projde celou asi 15 – 20 % vstupní energie záření. Efektivní dráha cely se mění s vlnovou délkou záření a pohybuje se okolo 3,6 mm na blízkém konci cely a 21 mm na vzdáleném konci cely. Tato dráha se blíží ideálu pro vodné roztoky. [4]

2.4.2.2 Ostatní techniky

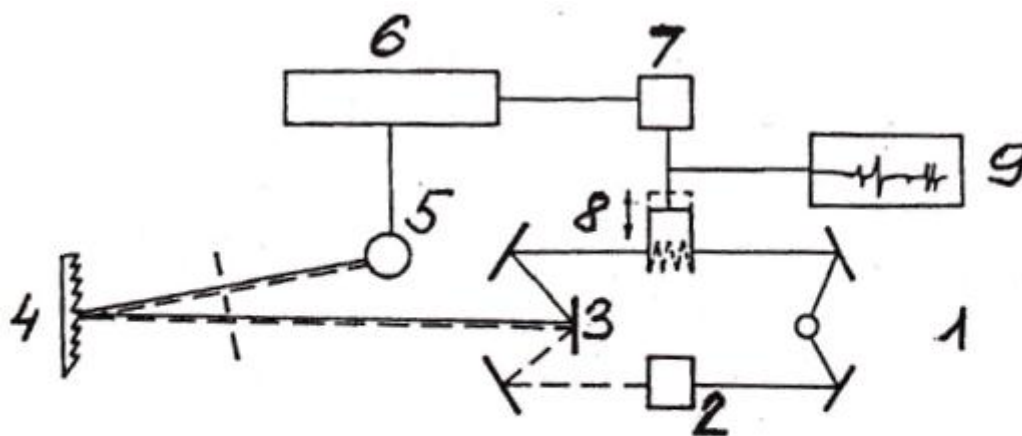
- Nejjednodušší způsob je měření rozpustného vzorku v kyvetě o určité tloušťce s KBr nebo NaCl okénky. Kyveta má délku dráhy 0,1 až 1 mm a koncentrace vzorku se pohybuje okolo 5 %, jen výjimečně přesahuje koncentrace 10 % hranici. Kyvety se při nepoužívání musí uchovávat v dokonale suchém prostředí.
- V případě, že je kapalný vzorek nerozpustný v tradičně používaných rozpouštědlech (CHCl_3 , CCl_4 , CS_2), může být vzorek ve velmi malém množství měřen transmitančně ve formě kapilární vrstvy mezi dvěma KBr či NaCl okénky. [8][10]

2.4.3 Plynné skupenství

- Při analýze plynů se obvykle používá válcová kyveta se dvěma kohouty o délce asi 10 cm. Evakuovaná kyveta se plní plynem na tlak řádově 104 Pa. Absorpční dráha se zvyšuje vícenásobným odrazem na pozlacených zrcadlech, například 40 odrazů v kyvetě dlouhé 50 cm znamená absorpční dráhu 20 m. [6][8]

2.5 Spektrometr

Klasický infračervený spektrometr je registrační dvoupaprskový hranolový nebo mřížkový přístroj s kombinovanými rovinnými i dutými zrcadly. Spektrometr pracuje na principu optické nuly obou svazků paprsků (Obr. 7) nebo principu přímého poměru intenzit primárního a propouštěného záření po zesílení a usměrnění elektrických signálů z detektoru. [7]



1-zdroj, 2-kyveta se vzorkem, 3-rotující polopropustné zrcadlo, 4-optická mřížka, 5-detektor, 6-zesilovač, 7-krokový motor, 8-clona, 9-zapisovač

Obrázek 7: Schéma IR spektrometru na principu optické nuly. [15]

2.5.1 Propustné materiály

Materiály určené pro měření v infračervené oblasti musí být propustné a neměly by absorbovat v daném spektru záření. Materiály, které jsou propustné pro infračervené záření. V závorce je vždy uvedeno, v jaké oblasti je daný materiál propustný pro IR záření.

- CaF_2 (130–10 000 nm)
- LiF (120–7 000 nm)
- NaCl (200–17 000 nm)
- KBr (210–28 000 nm)
- SiO_2 (185–3 500 nm)

Tyto materiály vhodné k měření v IR spektru musí být chráněny před vzdušnou vlhkostí, neboť molekula vody silně absorbuje záření v měřené oblasti a výsledné spektrum by bylo zkresleno a neodpovídalo by skutečnosti. [7]

2.5.2 Zdroje záření

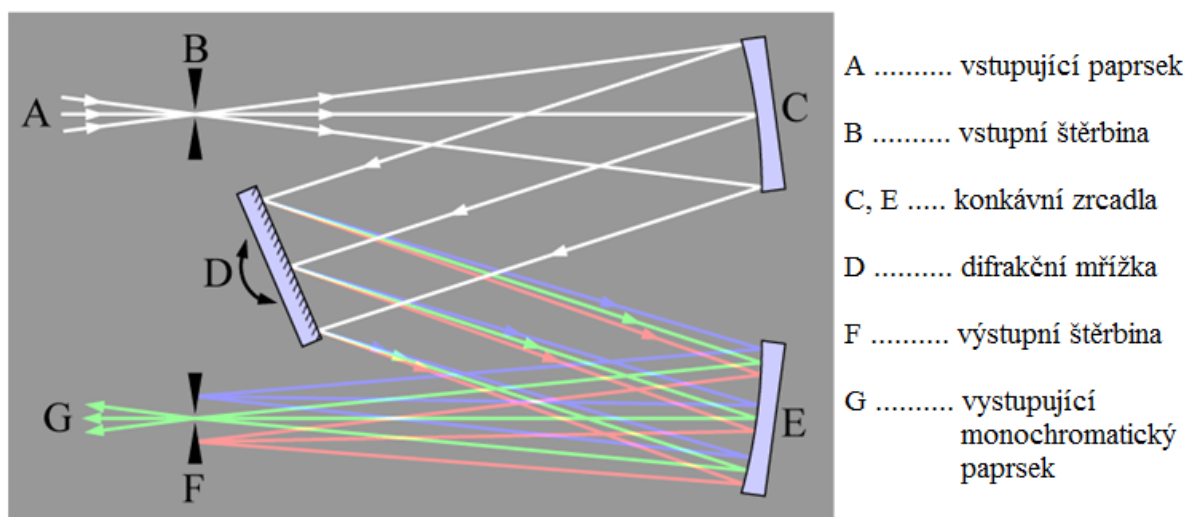
Zdroje záření se používají tak, aby vyzařovaly v požadované oblasti spektra. Vyzařované spektrum by mělo být spojitě v celé IR oblasti. Jako zdroj záření se používá globar, Nernstova lampa, W – lampa pro blízkou infračervenou oblast nebo pro dalekou infračervenou oblast spektra vysokotlaká Hg výbojka. Globar je tyčinka z karbidu křemíku (SiC) o průměru 6 mm a délce přibližně 5–10 cm. Tyčinka je žhavená odporově elektrickým proudem na teploty 1 000–1 400 K. Při rozžhnutí tyčinky nad teplotu 1 200 K dosáhneme spojitě vyzařovaného spektra. Nernstova lampa je žhavana pod přepětím elektrického proudu na teploty v rozsahu 1200 až 2 200 K. Vláknová lampa je složena ze slinutých oxidů Zr, T, Y, Ce, které vytvoří válec o průměru 1 až 2 mm a délce okolo 20 mm. [7][16]

2.5.3 Detektory

K detekci IR záření se používají různé druhy detektorů. Nepoužívají se fotodetektory, protože infračervené záření není schopno excitovat elektrony. K detekci se používá bolometr, pneumatický detektor, vakuový termočlánek a polovodiče. Bolometr zaznamenává změnu elektrického odporu Pt folie pokryté amorfni platinou nebo Ni, Sb nebo polovodičů CuO, MnO, CoO v závislosti na zahřátí po dopadu infračerveného záření. Pneumatický detektor zvaný též Golaylova cela se skládá z kyvety s plynem, který silně absorbuje IR záření, a tím se plyn ohřívá a expanduje. Když plyn mění svůj objem, mění také polohu Sb – diafragma (funkce zrcátka), která odráží paprsek světla na fotobuňku. Změna polohy membrány ovlivňuje chod vnějšího světelného paprsku, který na membránu dopadá a odráží se na fotobuňku. Vakuový termočlánek je folie, ve které jsou drátky ze dvou různých kovů či slitin bodově spájených. Příkladem může být Bi – Sn (95:5), Sb – Bi, Ag – Bi. Termoelektrické napětí je úměrné teplotnímu rozdílu mezi teplým a studeným spojem obou kovů. Polovodiče (fotoodpory) PbS, PbTe mění odpor s intenzitou záření. [6][7]

2.5.4 Disperzní prvek

Funkcí monochromátoru je rozložení, neboli disperze infračerveného záření na difrakční mřížce, která tvoří spolu se vstupní a výstupní štěrbinou a konkávními zrcadly monochromátor. Otáčením difrakční mřížky se na detektor postupně přivádí záření o určité frekvenci a vlnótu. Jako monochromátor se u starších spektrometrů používá ešeletová mřížka na odraz 40–200 vrypů/mm v Czerny – Turnerově uspořádání (Obr. 8). Existuje také nedisperzní spektrometr, který má v podstatě stejnou konstrukci jako disperzní spektrometr. Tento spektrometr však neobsahuje žádný disperzní prvek a monochromatickosti záření je zajištěna samotným zdrojem záření. Jako zdroje se nejčastěji používají lasery. V minulosti se používaly plynové lasery, dnes se více využívají pevnolátkové lasery zvané též laserové diody. Laserové světlo je typickým příkladem rovinně polarizovaného světla, kde elektrické pole kmitá v jedné rovině kolmé ke směru šíření světla. Charakteristikou laserového světla je také jeho velký výkon v jedné vlnové délce. Dalším charakteristickým rysem laserového světla je koherence, což znamená, že všechny světelné vlny vznikající z laseru oscilují ve stejné fázi. Nevýhodami laserů je jejich vysoká pořizovací cena, nákladná údržba a vyzařování limitovaných vlnových délek. [5][7][17]

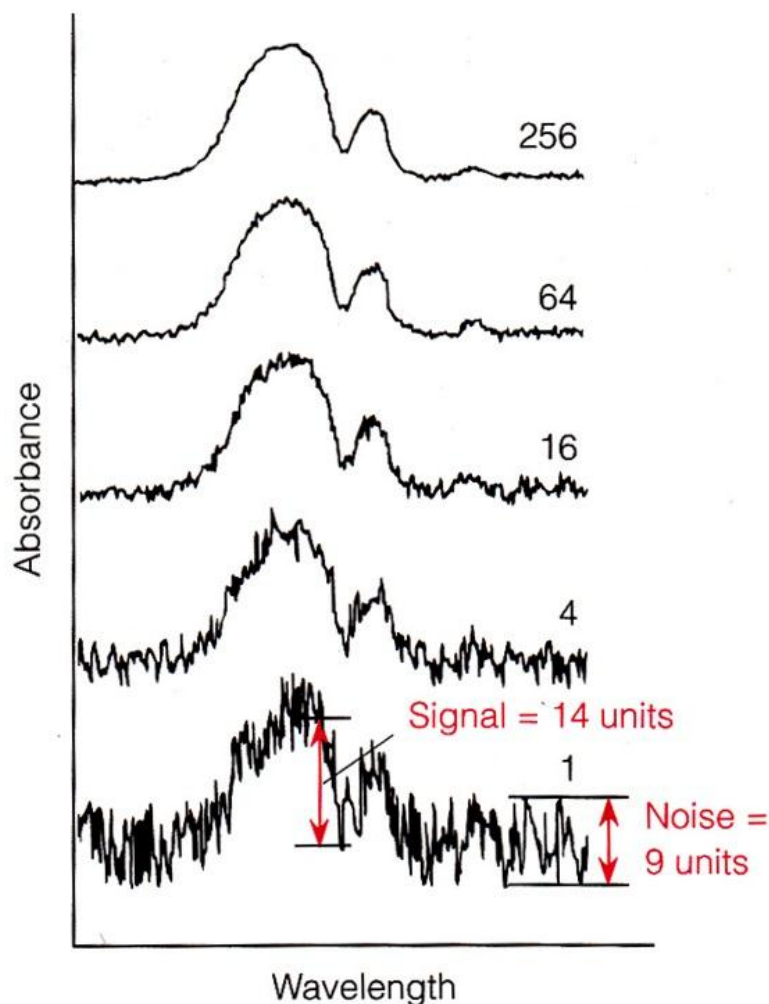


Obrázek 8: Monochromátor v uspořádání Czerny-Turner. [18]

2.6 Spektrometr FTIR

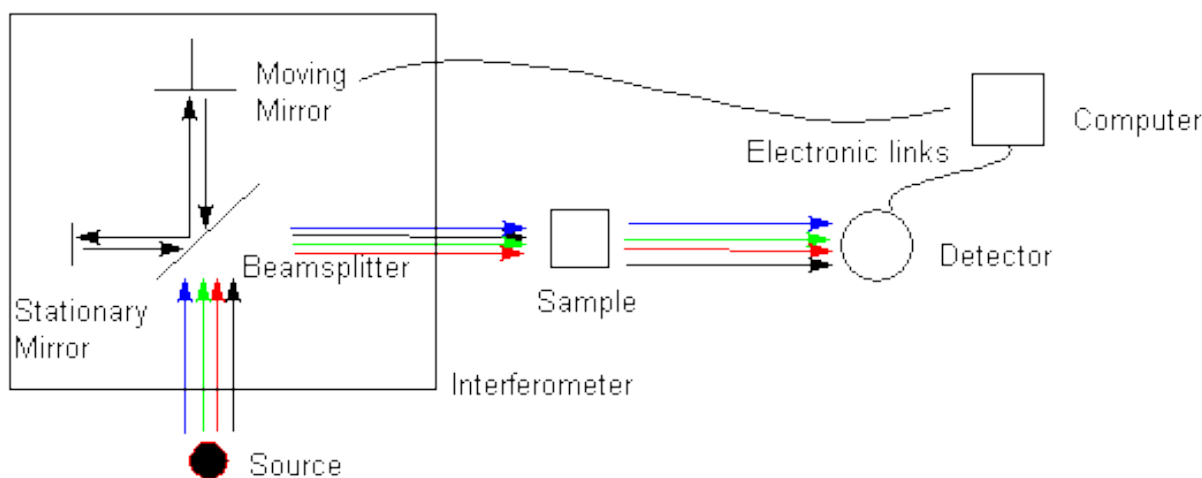
Počáteční využití infračervených spektrometrů s Fourierovou transformací (FTIR spektrometry) bylo znevýhodněno jejich vysokou hmotností a cenou (přes 3 mil. Kč), proto bylo jejich použití limitováno pouze na speciální aplikace. V 80. letech 20. století však dochází k praktickému rozšíření infračervených spektrometrů s Fourierovou transformací. Pomocí Michelsonova interferometru získáme závislost intenzity světelného záření na velikosti pohybu zrcadla, tato funkční závislost z tohoto interferometru se nazývá interferogram. Při zpracování signálu je důležité poznat, zda je signál periodický a jakou má periodu. Proto je praktické pracovat s frekvencí místo s periodou. Tento výstup se zpracovává pomocí Furierovy transformace, která je základním matematickým nástrojem. Fourierova transformace je zobrazení, které ke každému signálu (funkci) přiřazuje jinou funkci, z jejichž vlastností lze vyčíst informace o původním signálu. Jedná se o přístroje pracující na principu

interference spektra, které na rozdíl od disperzních přístrojů měří interferogram modulovaného svazku záření po průchodu vzorkem. Tyto přístroje vyžadují matematickou metodu Fourierovy transformace, abychom získali spektrální záznam. FTIR spektrometry se tedy liší v použitém disperzním prvku. Používá se Michelsonův interferometr. FTIR spektrometry mohou mít také rozdílné detektory.



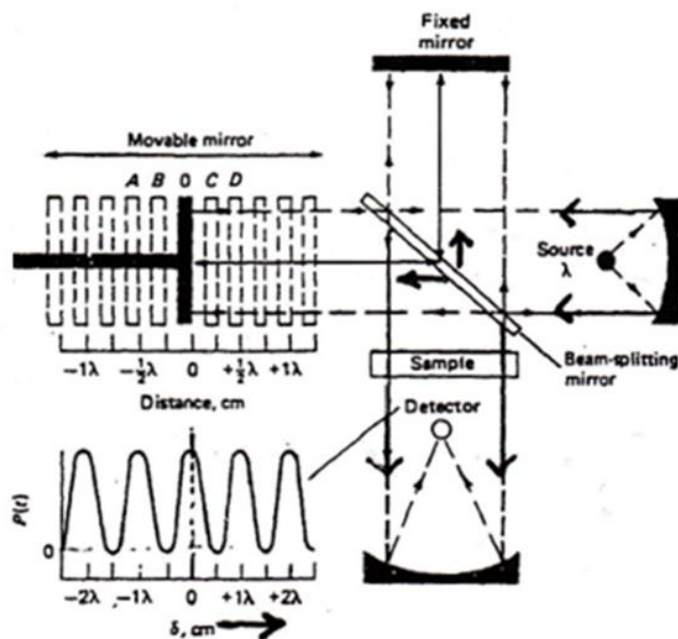
Obrázek 9: Vliv průměrování signálu na simulovaném rušícím spektru. Popisky odkazují na počet scanů.
[17]

Ve srovnání s disperzními nástroji, FTIR spektrometr nabízí lepší poměr signál-šum v daném rozlišení, mnohem vyšší přesnost frekvence, rychlosti a vestavěné funkce pro zpracování údajů. Zlepšení poměru mezi signálem a šumem je dosaženo využitím energie z celého spektra FTIR spektrometrem, namísto analýzy sekvence malých vlnových délek dostupných z monochromátoru. Přesná reprodukce pozice vlnového čísla z jednoho spektra do druhého umožňuje Fourierovým transformačním nástrojům, aby zprůměrovaly signály z většího počtu scanů a tím dále vylepšily poměr signálu k šumu. Přesnost vlnočtu a nízká úroveň šumu umožňuje spektrům s nepatrnými rozdíly se od sebe odečíst, aby odhalily tyto rozdíly. Výhodou FTIR spektroskopie je, že celý interferogram je zaznamenán během několika sekund a uložen v počítači. Poměr signálu k šumu lze zlepšit získáním desítek až stovek interferogramů a jejich následným zprůměrováním (Obr. 9). [2][7][12][17][16]



Obrázek 10: Schematické znázornění FR-IR spektrometru který obsahuje Michelsonův interferometr.
[19]

Jak již bylo řečeno, v disperzním spektrometru je jako disperzní prvek nejčastěji použita odrazná mřížka nebo hranol. Na tomto disperzním prvku dochází k prostorové disperzi spektra. Základem spektrometru s Fourierovou transformací je nejčastěji Michelsonův interferometr, který je příkladem nedisperzního, neboli multiplexního zařízení (Obr. 10). Výsledkem měření není spektrum, ale interferogram, což je závislost odezvy detektoru na čase (Obr. 12). Z interferogramu získáme spektrum až po provedení Fourierovy transformace. Z hlediska měření se tedy nejedná o spektrometrii, ale o interferometrii.



Obrázek 11 Schematický diagram Michelsonova interferometru. [20]

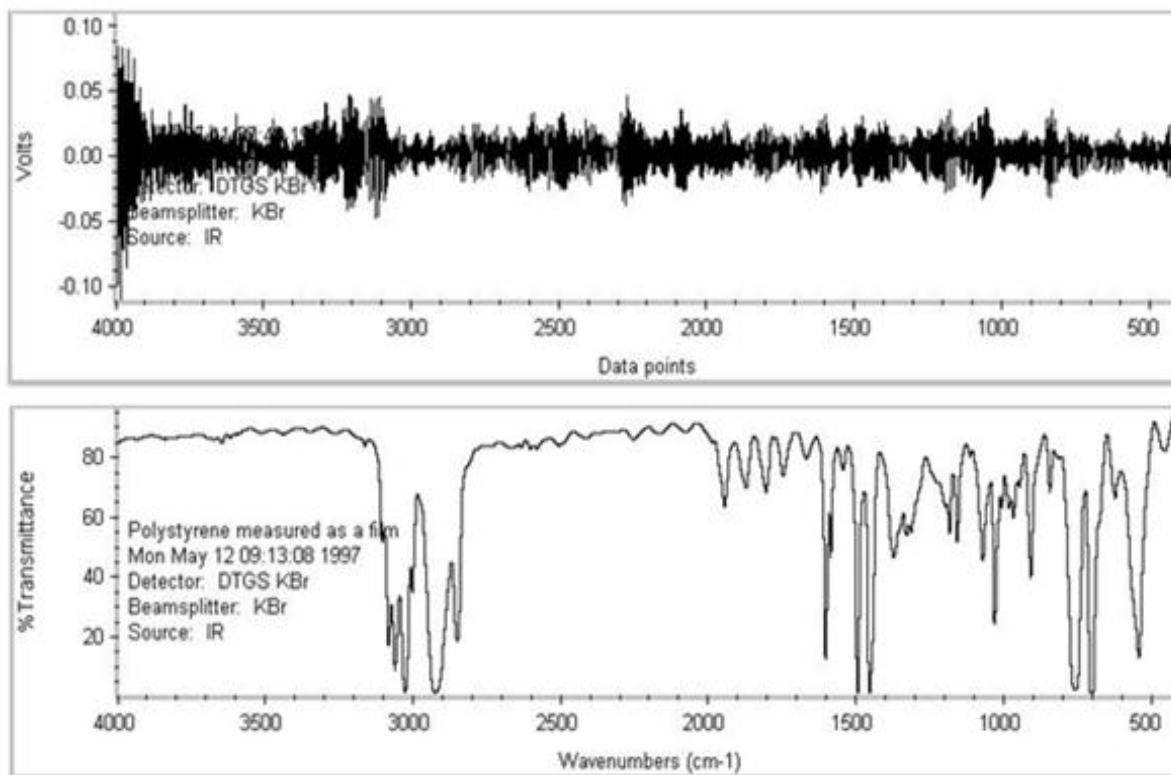
Proto je srdcem FTIR spektrometrů scanující Michelsonův interferometr. Interferometr sestává ze dvou vzájemně kolmých rovinných zrcadel a děliče svazku (Beam splitter), který svírá s oběma zrcadly úhel 45° (Obr. 11). Materiály, které je možno použít pro výrobu děliče svazku, jsou uvedeny v následující tabulce (Tab. 1).

Tabulka 1: Materiály vhodné pro výrobu děliče svazku. [13]

Materiál	Rozsah (cm^{-1})
SiO_2 (VIS)	25 000–5 000
SiO_2 (NIR)	15 000–3 000
CaF_2	10 000–1 600
Ge/KBr	7 500–350
Mylar, 6 μm	550–70
Mylar, 12 μm	250–50
Mylar, 23 μm	120–30
Mylar, 50 μm	50–10

Zatímco jedno zrcadlo je pevně fixováno, druhé zrcadlo se pohybuje konstantní rychlostí. Svazek paprsků dopadá na dělič podél optické osy kolmé k zrcadlu a na jeho polopropustné zrcadlové vrstvě se dělí na dvě rovnoměrné části, které postupují odděleně k oběma zrcadlům. Na nich se paprsky odrážejí a na děliči svazků se opět rekombinují. Pokud je vzdálenost mezi děličem svazku a nepohyblivým zrcadlem stejná, jako je vzdálenost mezi děličem svazku a zrcadlem pohyblivým, tj. je-li optický dráhový rozdíl mezi oběma rameny interferometru nulový, dochází mezi oběma svazky paprsků ke konstruktivní interferenci. K této interferenci dojde i tehdy, bude-li dráhový rozdíl celistvým násobkem vlnové délky procházejícího záření.

Je-li však optický dráhový rozdíl nenulový, svazky paprsků z obou ramen interferometru nejsou ve fázi a interferují destruktivně, což vede k redukci intenzity. Redukce intenzity bude maximální, pokud bude dráhový rozdíl rovný polovině vlnové délky procházejícího záření nebo jejím celým lichým násobkům. [2]



Obrázek 12: Ukázka interferogramu (nahore) a výsledného spektra (dole). [19]

2.6.1 Detektory

Speciálním případem je DTGS detektor, který se používá v FTIR spektrometrech. Tyto detektory také využívají pyroelektrický jev. Absorpcí záření se změní teplota pyroelektrického materiálu a tím se změní stupeň orientace polárních molekul. Tato změna vyvolá elektrický náboj, což znamená napětí na kontaktech krystalu. Výsledkem procesu je měřitelný elektrický proud. Záření, které dopadá je nutno přerušovat např. frekvencí 1 Hz. Nejvhodnější materiál použitelný jako pyroelektrický senzor za běžných teplot je triglicinsulfát (TGS – $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$) $_3\text{H}_2\text{SO}_4$. Tato látka je citlivá na vlnové délky od ultrafialové oblasti až po vzdálenou infračervenou oblast. Detektory mohou také obsahovat krystal DTGS, což je deuterovaný TGS ($\text{ND}_2\text{CD}_2\text{COOD}$) $_3\text{D}_2\text{SO}_4$. Výhoda DTGS krystalu spočívá v deuteraci, při které se zvyšuje teplota, při níž lze detektor používat. Dalším používaným příkladem je MCT (Mercury – Cadmium – Tellurid) detektor. Tento detektor je citlivější než DTGS a má také rychlejší odezvu. MCT má však limitovaný frekvenční rozsah a jejich širšímu použití brání vysoká cena detektoru a nutnost chlazení přístroje kapalným dusíkem. [6][21]

2.6.2 Albert Abraham Michelson

Albert Michelson (1852–1931) byl americký fyzik narozený v Polsku, který kolem roku 1880 vyvinul interferometr, se kterým v roce 1887 provedl Michleson – Morleyho experiment. V tomto experimentu bylo zjištěno, že rychlost světla je nezávislá na pohybu zdroje a pozorovatele, což znamená, že světlo se šíří všemi směry, stejnou a neměnnou rychlostí. Tento důležitý experiment později vedl Einsteina k teorii relativity. Michelson také používal interferometr k vytvoření dnešního předchůdce délkového standartu založeného na vlnové délce světla. V roce 1907 mu byla udělena Nobelova cena za fyziku za jeho přesné optické přístroje, spektroskopické a metrologické výzkumy prováděné pomocí nich. [17]

3 CÍL PRÁCE

Cílem bakalářské práce je zhotovení FT – IR spekter anorganických látek heterogenní povahy, porovnání dvou metod měření a určení vhodnosti zvolených metod pro analýzu zkoumaného materiálu či skupiny materiálů. V práci bude sledován také vliv metody měření pomocí KBr tablet a ATR nástavce na výsledek měření.

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Použité materiály

Pro přípravu veškerých tablet byl používán suchý jemně rozetřený bromid draselný. Látky, pro která byla měřena IR spektra, jsou uvedeny níže, rozřazeny do jednotlivých skupin dle jejich podobné chemické povahy.

- α – sádra
- Anhydrit
- Energosádrovec
- Sádra šedá

- CEM I (42,5 R)
- Portlantský slínek

- Elektrárenský popílek fluidní Tisová
- Elektrárenský popílek ložový Tisová

- Elektrárenský popílek klasický Počerady
- Elektrárenský popílek klasický Tušimice

- Mikrosilika Elkem
- Mikrosilika Grace
- SUK – speciálně umletý křemičitý písek

- Secar 51 – hlinitanový cement
- Secar 71 – hlinitanový cement

- Vápenný hydrát CL – 90
- Vápno CL – 90

- Kaolín

4.2 Použité přístroje

4.2.1 Nicolet iS 10 FT-IR Spectrometer

Nicolet iS 10 FT-IR spektrometr (Obr. 13) je kompletní infračervený spektroskopický systém pro běžné potřeby analytické chemie. Přístroj poskytuje exaktní informace při ověřování a identifikaci látek. [22]



Obrázek 13: Spektrometr Nicolet iS 10. [22]

4.2.2 Nicolet iS 50 FT-IR Spectrometer

Nicolet iS 50 FT-IR spektrometr (Obr. 14), vybavený účelovým příslušenstvím a integrovaným software, představuje komplexní stanici pro analýzu materiálu navrženou tak, aby pomohla snadno řešit i náročné analytické problémy. Flexibilní systém lze vylepšit z jednoduchého FT – IR na plně automatizovaný systém plně – spektrálního rozsahu, který je schopen získat spektrum z daleké infračervené oblasti až po oblast viditelnou. [23]



Obrázek 14: Spektrometr Nicolet iS 50. [23]

4.2.3 Hydraulický lis H-62

Tento ruční lis je určen především pro lisování kyvet, přičemž síla je indikována zabudovaným manometrem (Obr. 15). Lis má šroubem přestavitelnou a výklopnou horní opěrku a je opatřen magnetickým odlučovačem otěrových nečistot. [24]



Obrázek 15: Hydraulický lis H-62. [24]

4.3 Postup měření

4.3.1 Postup při měření KBr tablet

Bylo naváženo potřebné množství vzorku na analytických vahách a vzorek byl převeden do achátové třecí misky. Poté bylo naváženo stonásobné množství vysušeného KBr, který byl také převeden do achátové třecí misky. Obě látky byly v třecí misce míchány a rozetřeny. Výsledný homogenní prášek byl v dostatečném množství nanášen do lisovací komory, kde byl poté lisován. Nejprve byl vyvinut tlak 40 kPa po dobu 30 sekund. Následně byl tlak zvýšen na 70 kPa po dobu 1 minuty. Následně byla tableta vyjmuta a umístěna do váženky v exsikátoru. Pro kalibraci spektrometru muselo být nejprve změřeno pozadí, které se provedlo změřením tablety, která obsahuje pouze čistý KBr. Postup přípravy tablety i její následné měření probíhá stejně jako v případě, kdy tableta obsahuje i zkoumanou látku. Tableta se vzorkem byla vložena do měřicí části spektrometru. Ve spektrometru byla tableta profukována vzduchem, zbaveným vlhkosti. Po odstranění vzdušné vlhkosti v měřicí komoře bylo zahájeno měření. Při měření MIR bylo použito nastavení přístroje na 256 scanů s rozlišením 4. Pro měření tablet ve FIR bylo použito 128 scanů také s rozlišením 4. Po měření byla tableta zlikvidována.

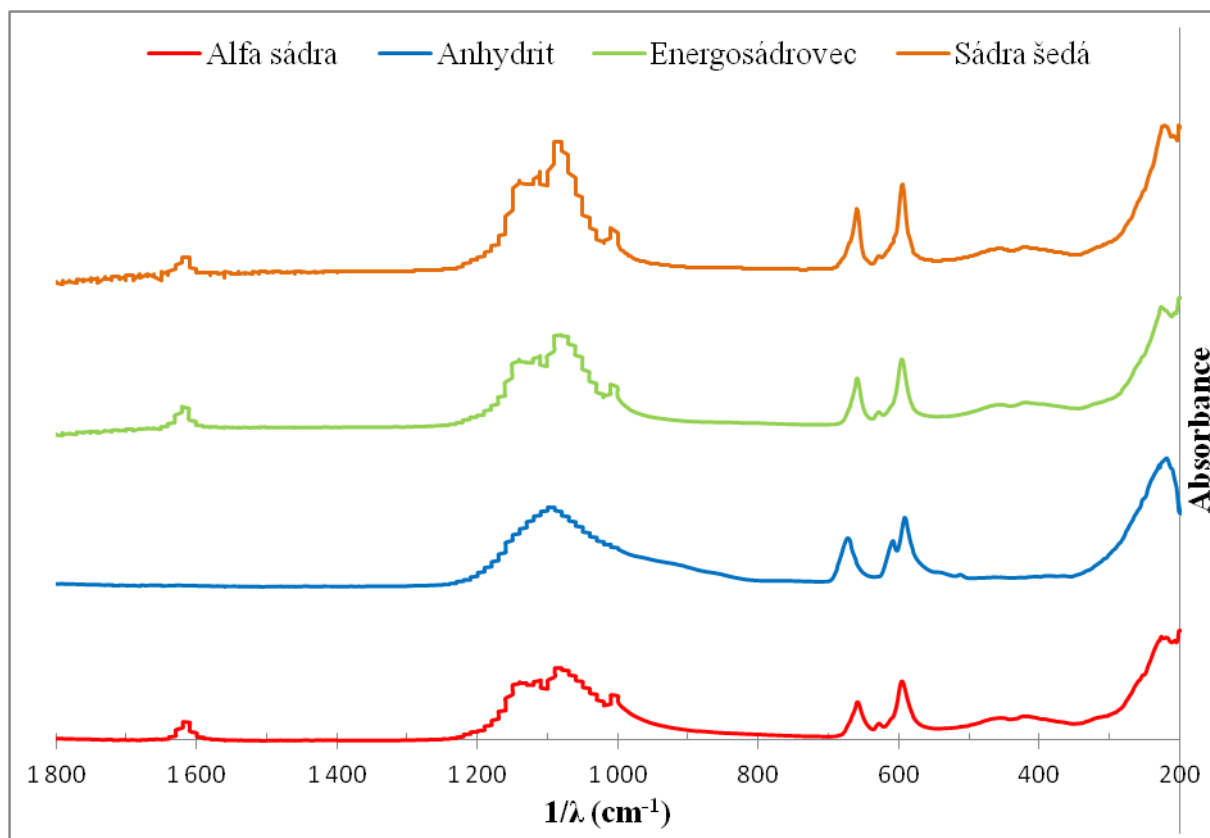
4.3.2 Postup při měření ATR nástavcem

Podobně jako u metody měření KBr tablet bylo nutné nejprve změřit pozadí. Jako pozadí byl využíván okolní vzduch v laboratoři. Po změření pozadí bylo na ATR krystal nanесeno malé množství zkoumané látky. V průběhu měření vzorku na ATR krystalu nemohlo být zabráněno působení vzdušné vlhkosti. Z tohoto důvodu bylo měření zkráceno na 128 scanů s rozlišením 4. Dodržení shodného počtu scanů jako v případě měření metodou KBr tablet, by zvýšilo riziko zvlhnutí měřené látky způsobující velké zkreslení výsledného IR spektra.

5 VÝSLEDKY A DISKUZE

5.1 Měření pomocí ATR nástavce ve FAR

Měření probíhalo na spektrometru iS 50 a byl použit ATR nástavec s diamantovým krystalem. Parametry měření byly následující. Rozsah měření $1\,800\text{--}200\text{ cm}^{-1}$, což je rozsah daleké IR oblasti. Počet scanů byl zvolen 128, což znamená počet spekter kumulovaných v rámci jednoho stanovení. Tento počet scanů již dobře redukuje šum a usnadňuje rozlišení slabších pásů. Rozlišení bylo nastaveno na 4 cm^{-1} , což znamená minimální vzdálenost v cm^{-1} , na kterou lze rozlišit mezi dvěma píky.



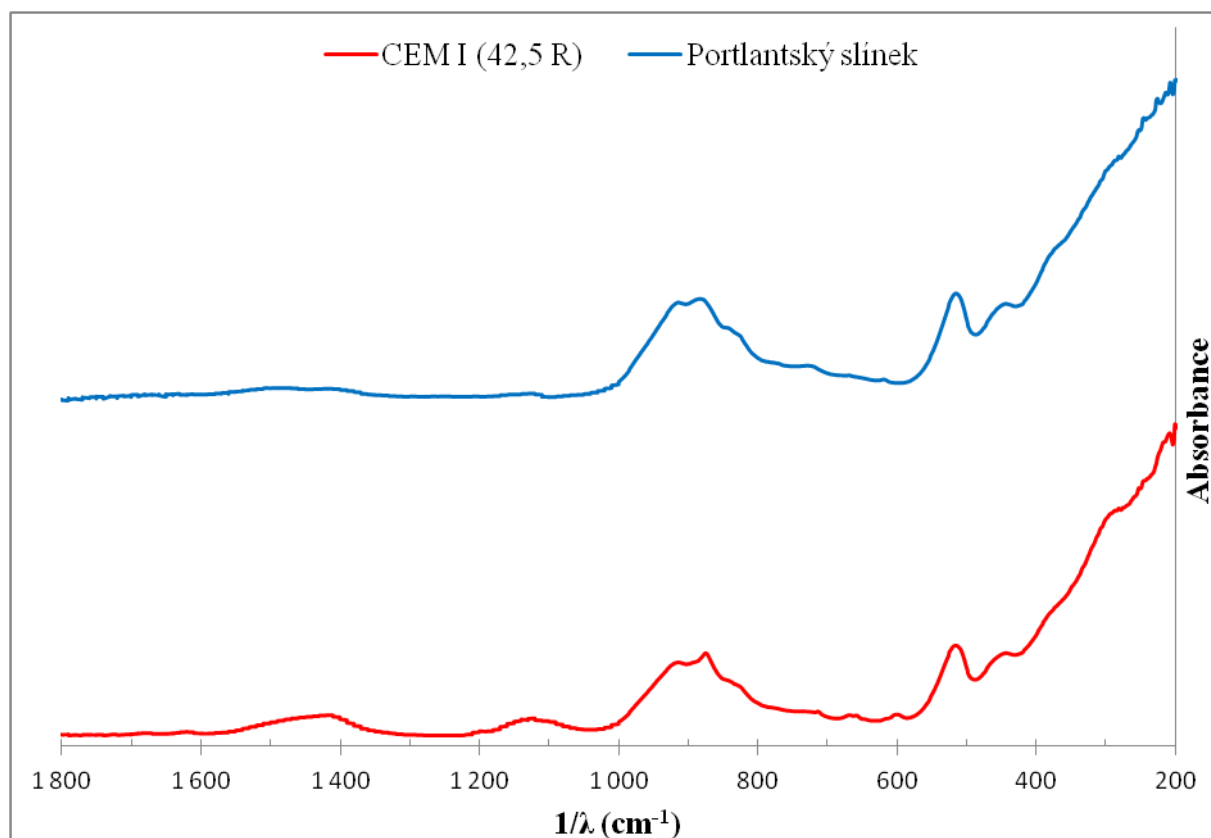
Obrázek 16: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 2: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)								
	1 617	1 113	1 085	1 006	658	595	422	225	160
Alfa sádra	1 617	1 113	1 085	1 006	658	595	422	225	160
Anhydrit	1 095	672	609	591	218	187	160	-	-
Energosádrovec	1 617	1 112	1 081	1 007	658	595	225	159	-
Sádra šedá	1 616	1 112	1 085	1 007	659	595	422	222	169

V grafu lze najít pásy o vlnočtu $1\,616\text{ cm}^{-1}$, což značí valenční vibrace O-H vazby, které způsobují pás i v oblasti o vlnočtu $1\,007\text{ cm}^{-1}$. Je to způsobeno hydráty, které jsou obsažené ve vzorcích. Výjimku tvoří anhydrit, který ve své struktuře neobsahuje vázanou vodu. Nad oblastí omezenou vlnočty $1\,200\text{ až }850\text{ cm}^{-1}$ se objevuje vliv více iontů. V oblasti vlnočtů

1 200 až 1 050 se nacházejí vibrace skupiny SO_4^{2-} s maximem o vlnočtu 1 085 cm^{-1} . Na tento pás navazuje v oblasti vlnočtů 1 150 až 850 cm^{-1} pás, ve kterém se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru použitých vzorků nachází na vlnočtu 1 112 cm^{-1} . Splitu fundamentální frekvence aniontu SO_4^{2-} ve spektru náleží další pásy s maximem vlnočtů 672, 609 a 591 cm^{-1} . Pás o vlnočtu 1 008 cm^{-1} je přiřazen asymetrické a symetrické valenční vibraci Si-O-Si můstku. Na vlnočtech 658 a 595 cm^{-1} se nacházejí další deformační módy Si-O vazby. [25-27]

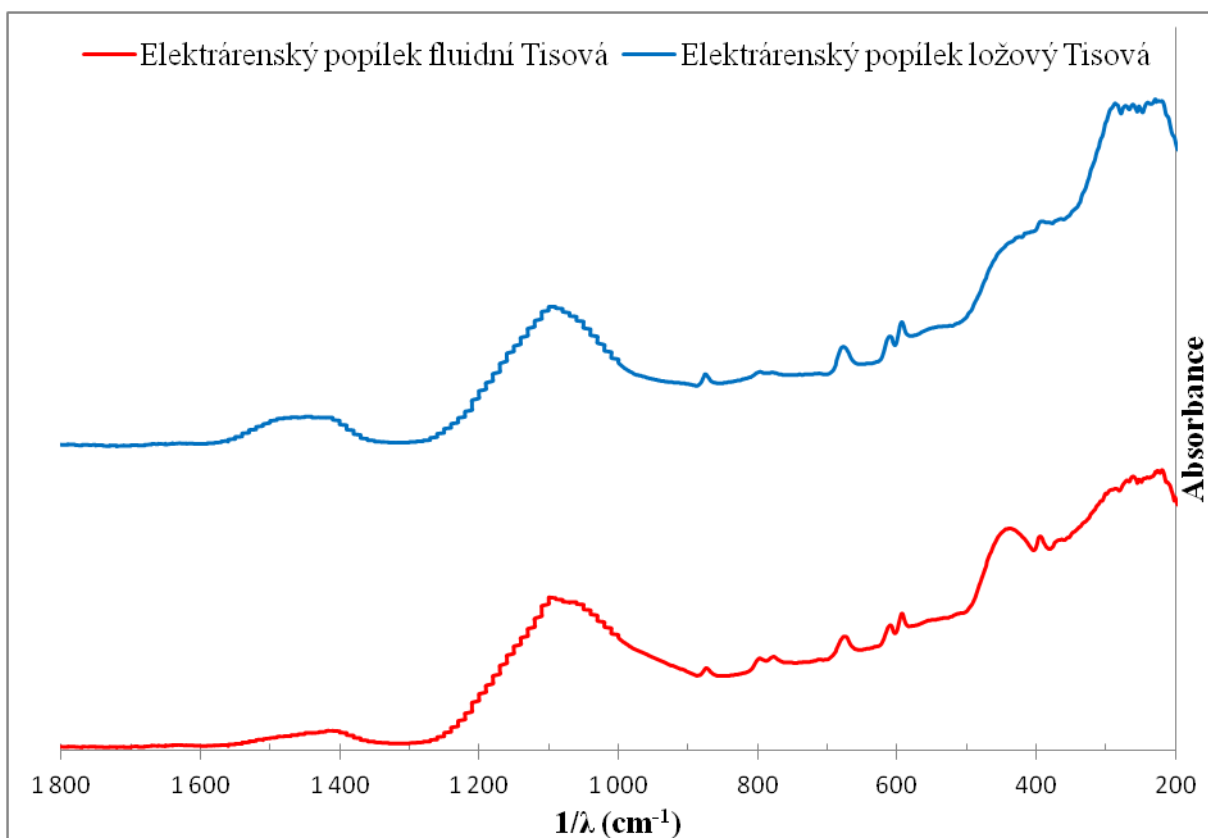


Obrázek 17: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 3: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)				
	1 417	874	516	175	159
CEM I (42,5 R)					
Portlandský slínek	884	515	169	159	-

Z grafu lze vidět široký pás vymezených vlnočtů o 1 550 až 1 400 cm^{-1} , který indikuje přítomnost uhličitany s maximem o vlnočtu 1 417 cm^{-1} . CaCO_3 se přidává jako příměs do slínku. Pás vymezený vlnočty 1 200 až 1 050 cm^{-1} znamená obsah síranů. Pás o vlnočtech 1 000 až 800 cm^{-1} znamenají přítomnost tetraedru SiO_2 . Také zřetelně projevuje intenzivní fundamentální frekvence tetraedrického aniontu SiO_4^{4-} na vlnočtu 516 cm^{-1} . [25-27]

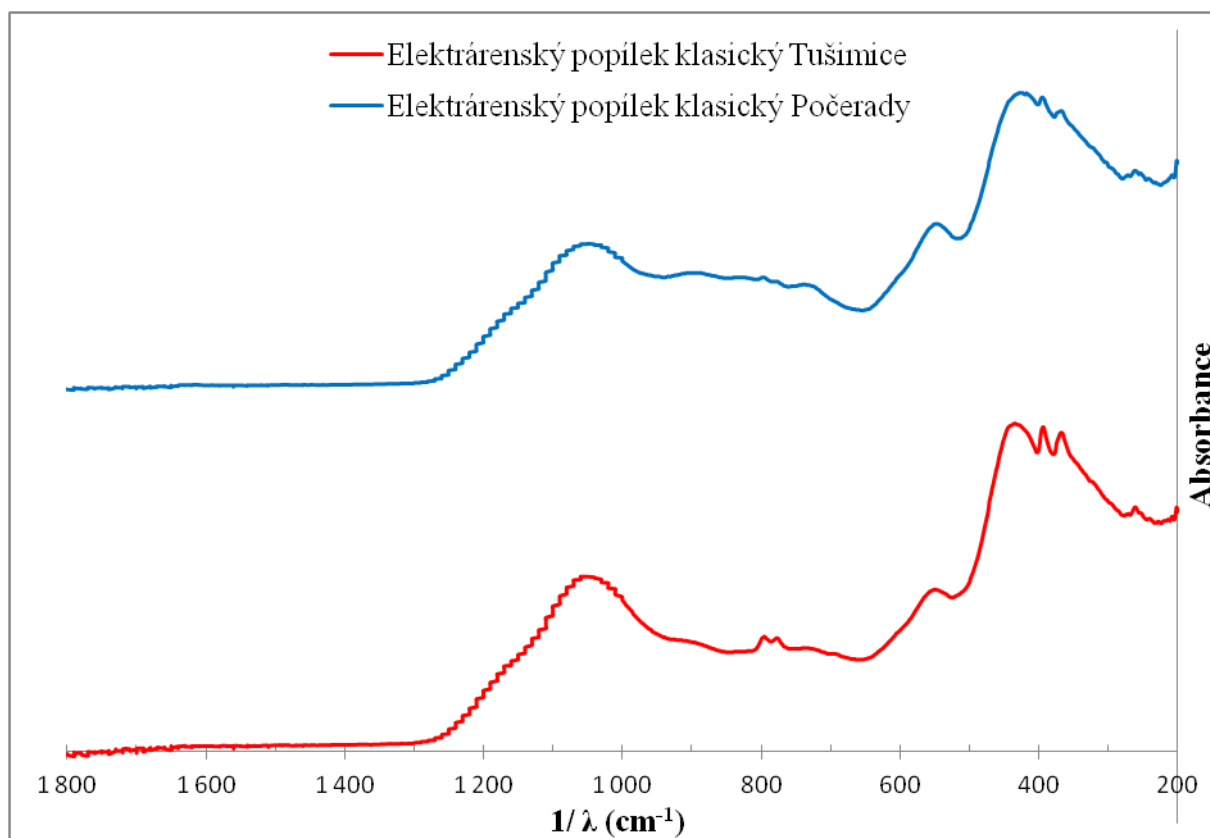


Obrázek 18: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 4: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)								
Elektrárrenský popílek fluidní Tisová	1 410	1 095	675	593	436	395	219	187	168
Elektrárrenský popílek ložový Tisová	1446	1 094	677	593	287	230	187	159	-

V grafu vidíme pás iontu CO_3^{2-} na vlnočtech 1 410 a 1 446 cm^{-1} . Oblast vlnočtu 1 095 cm^{-1} odpovídá degenerované vibraci SO_4^{2-} . Rozštěpení degenerované vibrace skupiny SO_4^{2-} zobrazují pásy o vlnočtech 675 a 593 cm^{-1} . Maximum o vlnočtu 436 cm^{-1} indikuje přítomnost Si-O vazby. V oblasti nízkých energií daleké IR oblasti se nacházejí pásy oxidu hlinitého. [25-27]

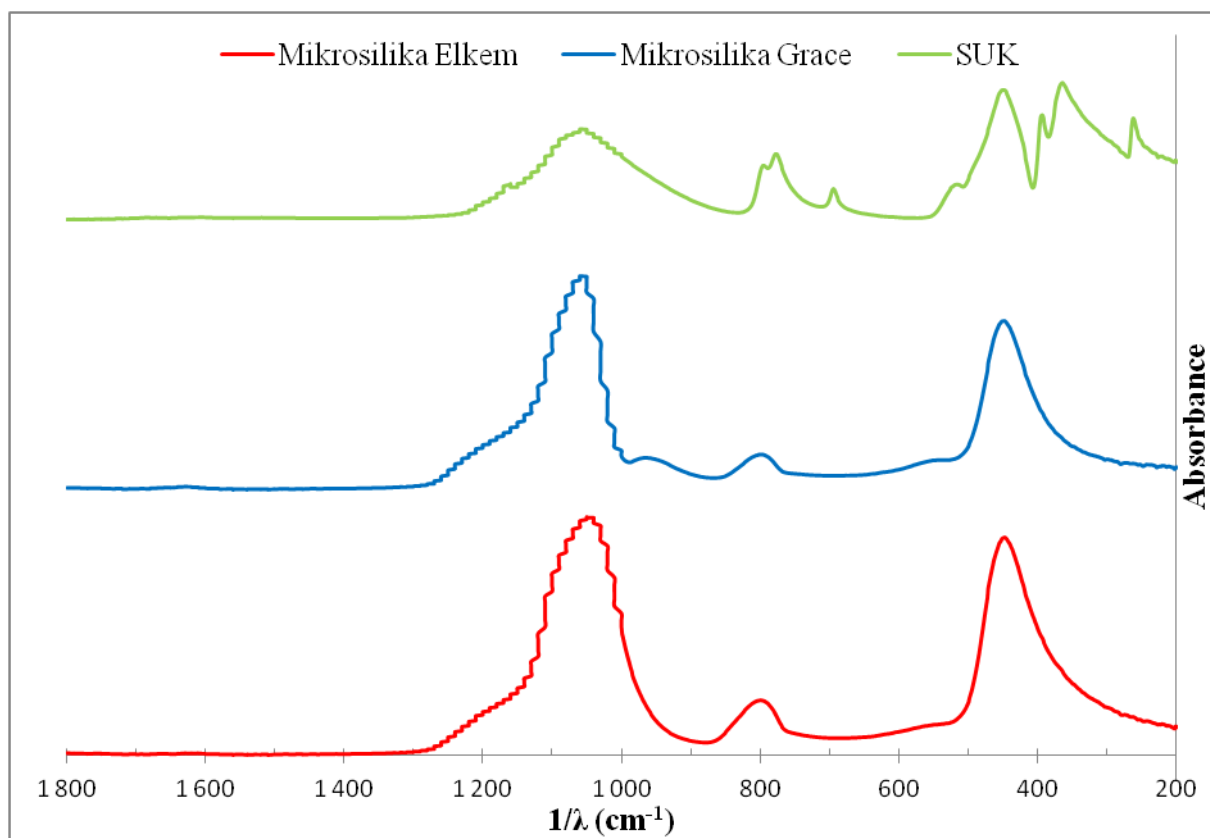


Obrázek 19: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 5: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)					
Elektrárenský popílek klasický Počeradý	1 051	795	434	394	367	172
Elektrárenský popílek klasický Tušimice	1 047	547	424	188	-	-

Nad oblastí vymezenou vlnočty 1 200 až 1 000 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 051 cm⁻¹. Pás o vlnočtu 795 cm⁻¹ indikuje vazbu Al-O. Pás, který ve spektru dosahuje maxima vlnočtu absorpce při 547 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. Na vlnočtu 434 cm⁻¹ se nachází deformační mód Si-O vazby. Pásky o nižších vlnočtech dokazují přítomnost oxidu hlinitého. [25-27]

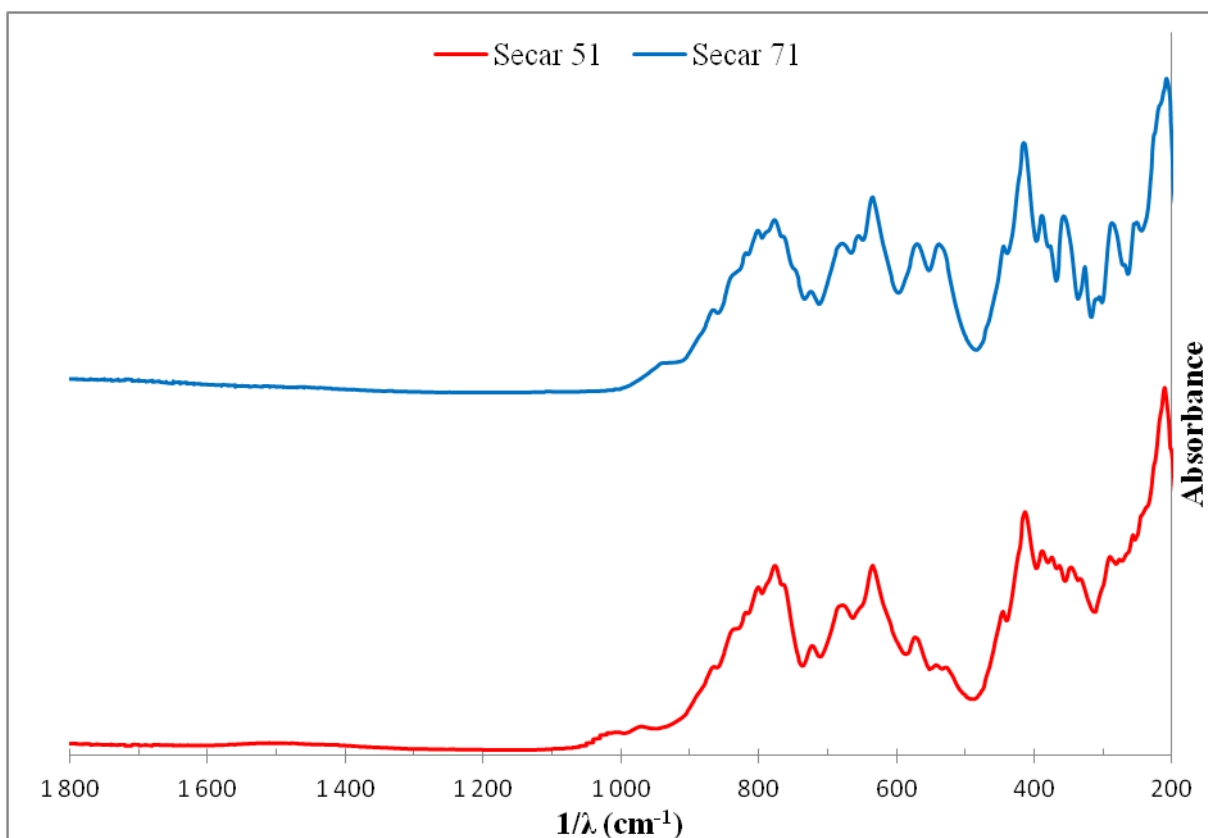


Obrázek 20: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 6: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)						
	1 047	800	448	-	-	-	-
Mikrosilika Elkem	1 047	800	448	-	-	-	-
Mikrosilika Grace	1 058	798	448	-	-	-	-
SUK	1 057	777	694	448	394	364	262

U obou vzorků mikrosilik je pozorován velmi intenzivní pás na vlnočtech v rozmezí 1 150 až 1 000 cm⁻¹ s vrcholem pásu o vlnočtu 1 047 cm⁻¹ a také pak při vlnočtu 800 cm⁻¹. Maximum odpovídá valenčním vibracím Si-O vazby. Z grafu lze pozorovat, že vyšší obsah SiO₂ znamená intenzivnější a strmější pás, než při nižším obsahu SiO₂ v analyzovaném vzorku. Při vlnočtech o 694 a 448 cm⁻¹ se také zobrazují pásy SiO₂. Jelikož je SUK přírodního původu, oproti mikrosilikám, které jsou amorfní SiO₂, obsahuje pásy o nižším vlnočtu, které indikují nečistoty. [25-27]

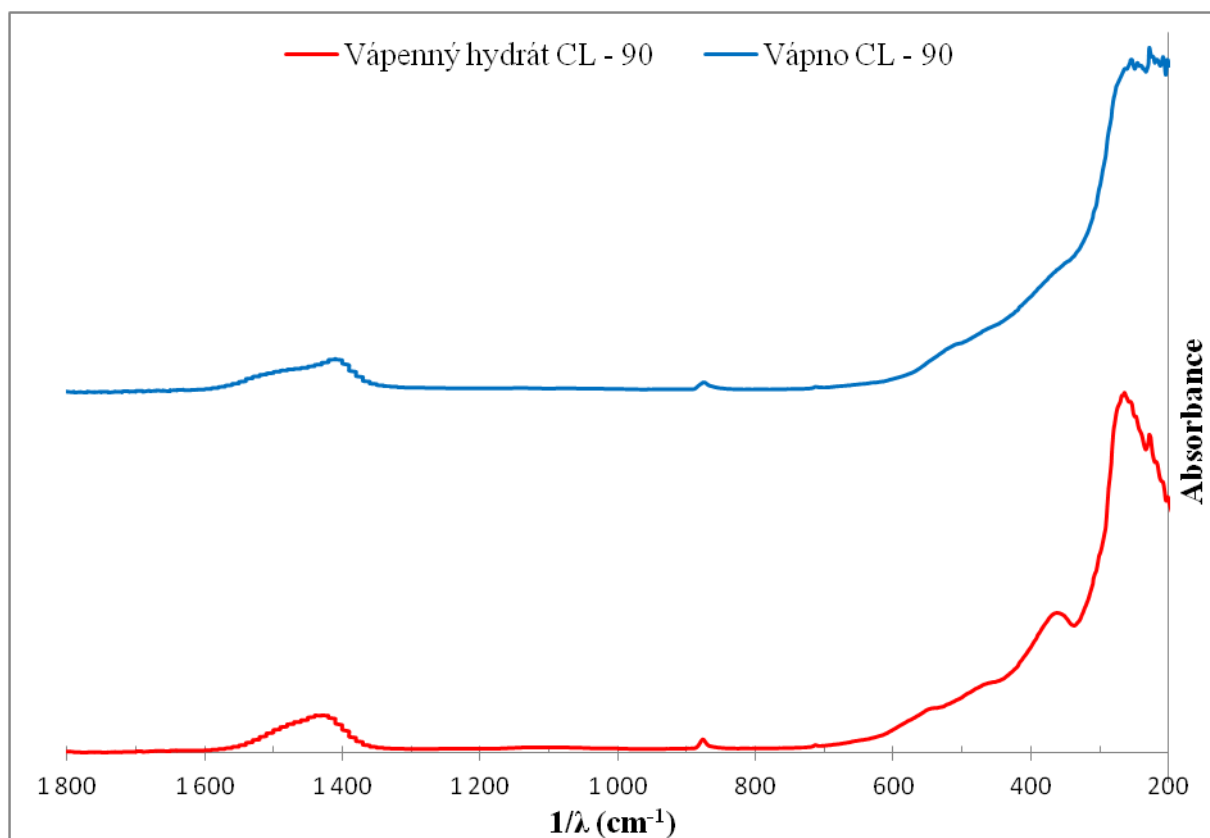


Obrázek 21: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 7: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)						
	776	634	572	413	388	210	160
Secar 51	776	634	572	413	388	210	160
Secar 71	777	635	569	538	412	388	356
	326	287	208	181	165	-	-

Secar je obecně hydraulické pojivo s vysokým obsahem oxidu hlinitého. Z grafu lze odečíst pásy o vlnočtech 777 a 776 cm⁻¹, které odpovídají deformačnímu módu vazby Si-O. V oblasti omezené vlnočty 900 až 760 cm⁻¹ se nachází široký pás valenčních vibrací Al-O vazby. Mezi vlnočty 600–500 cm⁻¹ a 360–280 cm⁻¹ se nachází další absorpční pásy iontu [AlOH₄]⁻. [25-27]

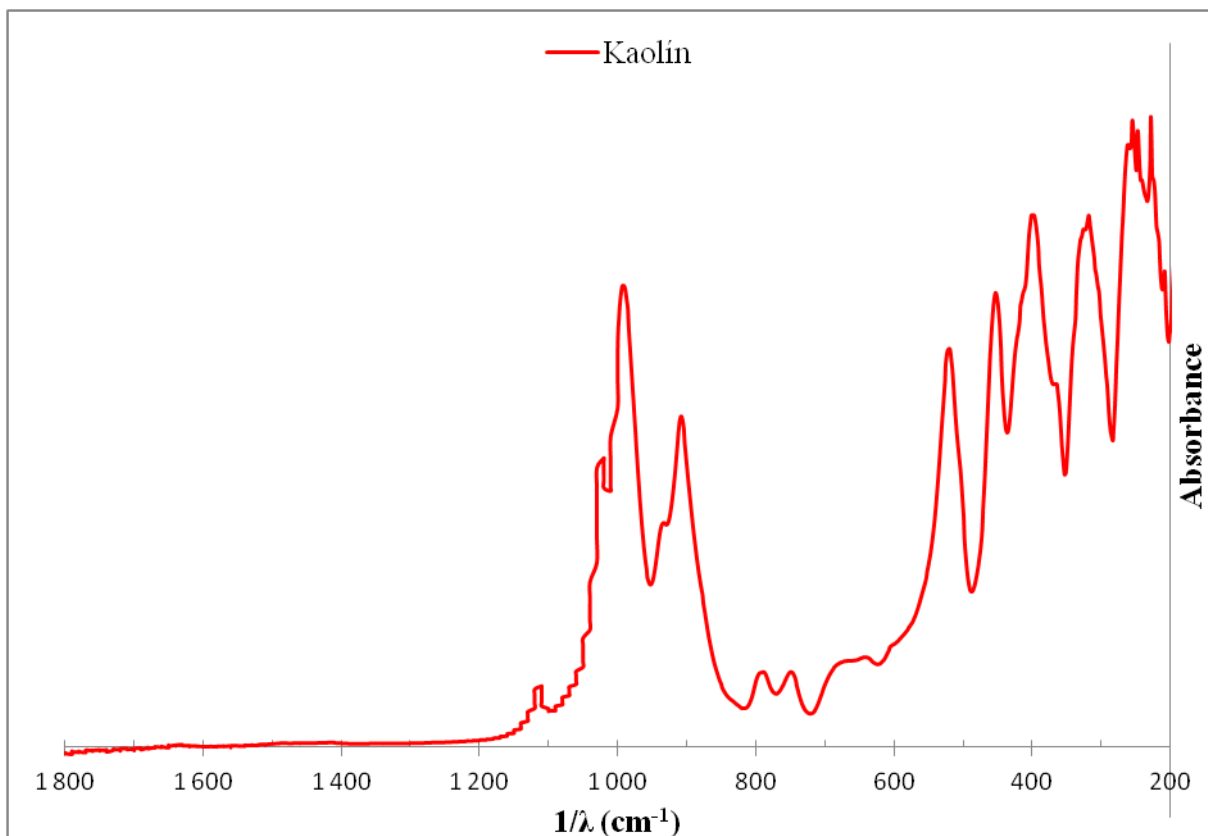


Obrázek 22: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 8: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)				
Vápenný hydrát CL - 90	1 432	362	264	-	-
Vápno CL - 90	1 410	227	202	176	158

Na tomto grafu vidíme oblast pásu 1 500 až 1 400 cm⁻¹. Tato oblast odpovídá iontu CO₃²⁻, Vzniklý karbonatací vzdušným CO₂. Přítomnost pásů v oblasti o vlnočtech 360 cm⁻¹ a nižších ukazují na přítomnost O-H skupiny pravděpodobně v portlanditu, ve vzorku vápna CL 90 jsou tyto píky velice malé, neboť se zde portlandit tvoří vzdušnou vlhkostí a část ho reakcí s oxidem uhličitým přechází na kalcit. [25-27]



Obrázek 23: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

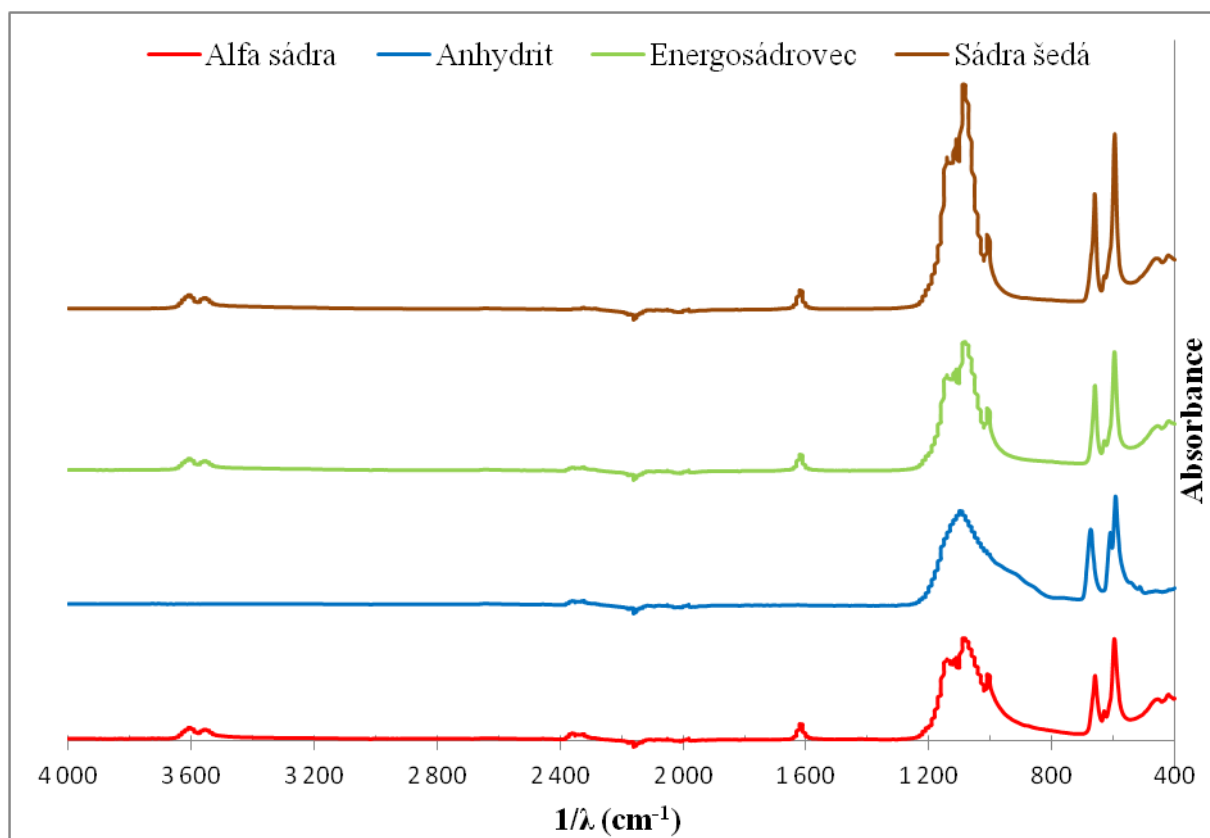
Tabulka 9: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)							
	1 114	1023	992	908	789	749	520	453
Kaolín	399	318	254	247	228	182	175	158

Nad oblastí omezenou vlnočty 1 150 až 850 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy kaolinitu. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 112 cm⁻¹. Pásky v oblasti 1 023 a 992 cm⁻¹ jsou interpretovány jako asymetrické a symetrické valenční vibrace Si-O-Si můstku. Rovinnou deformační vibraci hydroxylových skupin náleží pás o vlnočtu 908 cm⁻¹. Dalšími typickými translačními módy vibrací hydroxylových skupin jsou pásky o vlnočtech 789 a 749 cm⁻¹. Na nižších vlnočtech v daleké IR oblasti se nacházejí perpendikulární a deformační módy Si-O vazby. [25-27]

5.2 Měření ATR nástavcem v MIR

Spektra byla měřena na spektrometru iS 50, kdy byl použit ATR nástavec s diamantovým krystalem. Parametry měření byly následující. Rozsah měření 4 000–400 cm^{-1} , což je rozsah střední IR oblasti. Počet scanů byl zvolen 128, což ukazuje počet spekter kumulovaných v rámci jednoho stanovení. Tento počet scanů již dobře redukuje šum a usnadňuje rozlišení slabších pásů. Rozlišení bylo nastaveno na 4 cm^{-1} , což indikuje minimální vzdálenost v cm^{-1} , na kterou lze rozlišit mezi dvěma píky.



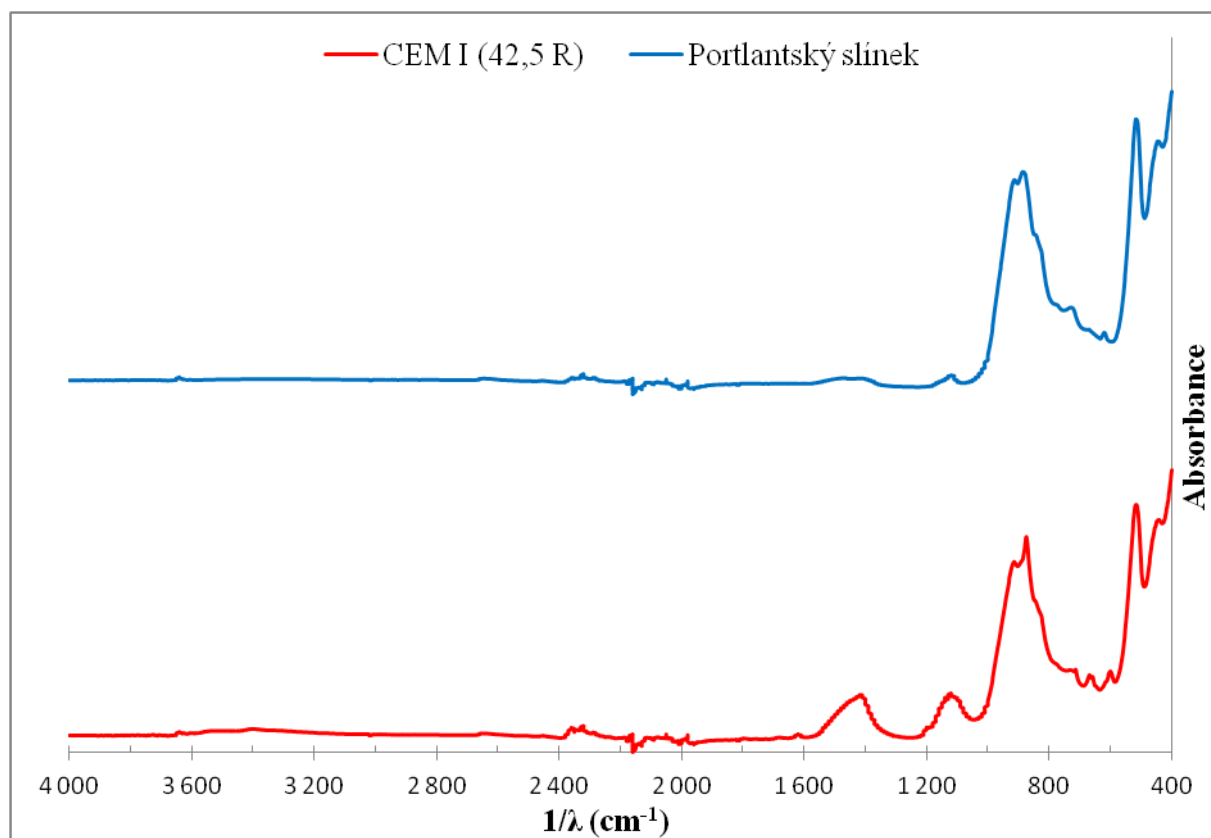
Obrázek 24: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 10: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)						
	3 605	2 359	1 616	1 140	1 113	1085	-
Alfa sádra	1 006	658	628	595	420	-	-
Anhydrit	2 324	1 095	672	609	591	-	-
Energosádrovec	3 605	2 324	1616	1 141	1 112	-	-
	1 083	1 007	658	628	595	-	-
Sádra šedá	3 606	1 617	1 111	1 085	1 007	659	594

V oblasti vysokých energií střední IR oblasti se nachází oblast valenčních vibrací O-H vazby. Tento pás se objevuje v důsledku přítomnosti vázaných hydrátů. Výjimku tvoří anhydrit, který ve své struktuře neobsahuje žádnou vázanou vodu. Dále na grafu lze najít pásy o vlnočtu 1 616 cm^{-1} , což značí valenční vibrace O-H vazby. Je to opět způsobeno hydráty,

obsažených ve vzorcích. Výjimkou je stále anhydrit. Pás, který má vlnově 1 095 cm^{-1} způsobuje přítomný CaSO_4 . Splitu fundamentální frekvence tohoto aniontu ve spektru náleží pásy s maximem vlnově 672, 609 a 591 cm^{-1} . Nad oblastí omezenou vlnově 1 150 až 800 cm^{-1} se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy materiálů. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru použitých vzorků nachází na vlnově 1 112 cm^{-1} . Pás o vlnově 1 008 cm^{-1} je přiřazen asymetrické a symetrické valenční vibraci Si-O-Si můstku. Na vlnově 658 a 595 cm^{-1} se nacházejí další deformační módy Si-O vazby. [25-27]

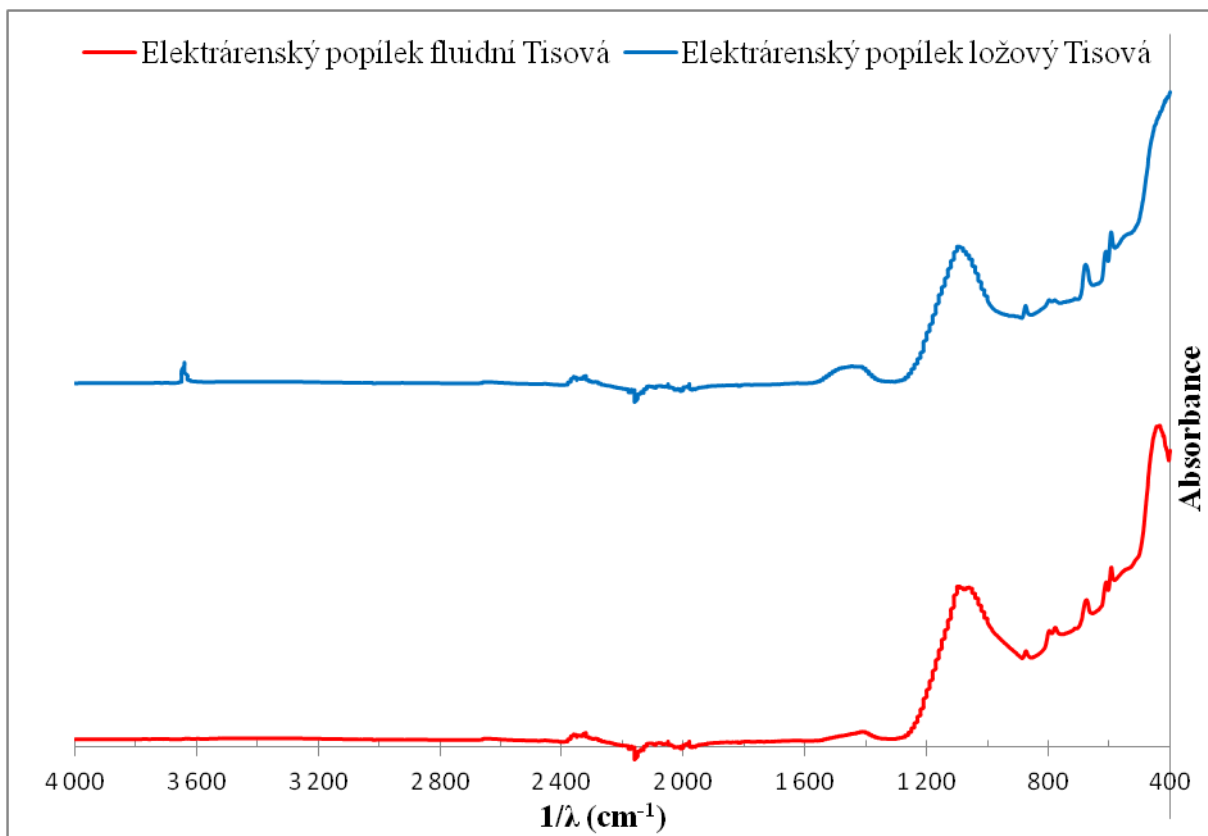


Obrázek 25: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 11: Naměřené vlnově metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	$1/\lambda \text{ (cm}^{-1}\text{)}$							
CEM I (42,5 R)	2 324	2 050	1 414	1 124	874	668	600	516
Portlantský slínek	2 323	2 050	1 469	884	515	-	-	-

Ve spektru cementu se nachází pás o vlnově 1 550 až 1 400 cm^{-1} znamenající přítomnost CaCO_3 o maximu při 1 414 cm^{-1} . Pás se zde nacházejí z důvodu přidávání 5 % hmot. CaCO_3 jako inertní příměs do slínku. Pás v oblasti vlnově 1 200 až 1 050 o maximu při 1 124 cm^{-1} odpovídá iontu SO_4^{2-} . Pás o vlnově 1 000 až 800 cm^{-1} znamenají přítomnost tetraedru SiO_2 . Dále se zde zřetelně projevuje i intenzivní fundamentální frekvence tetraedrického aniontu SiO_4^{4-} na vlnově 515 cm^{-1} . [25-27]

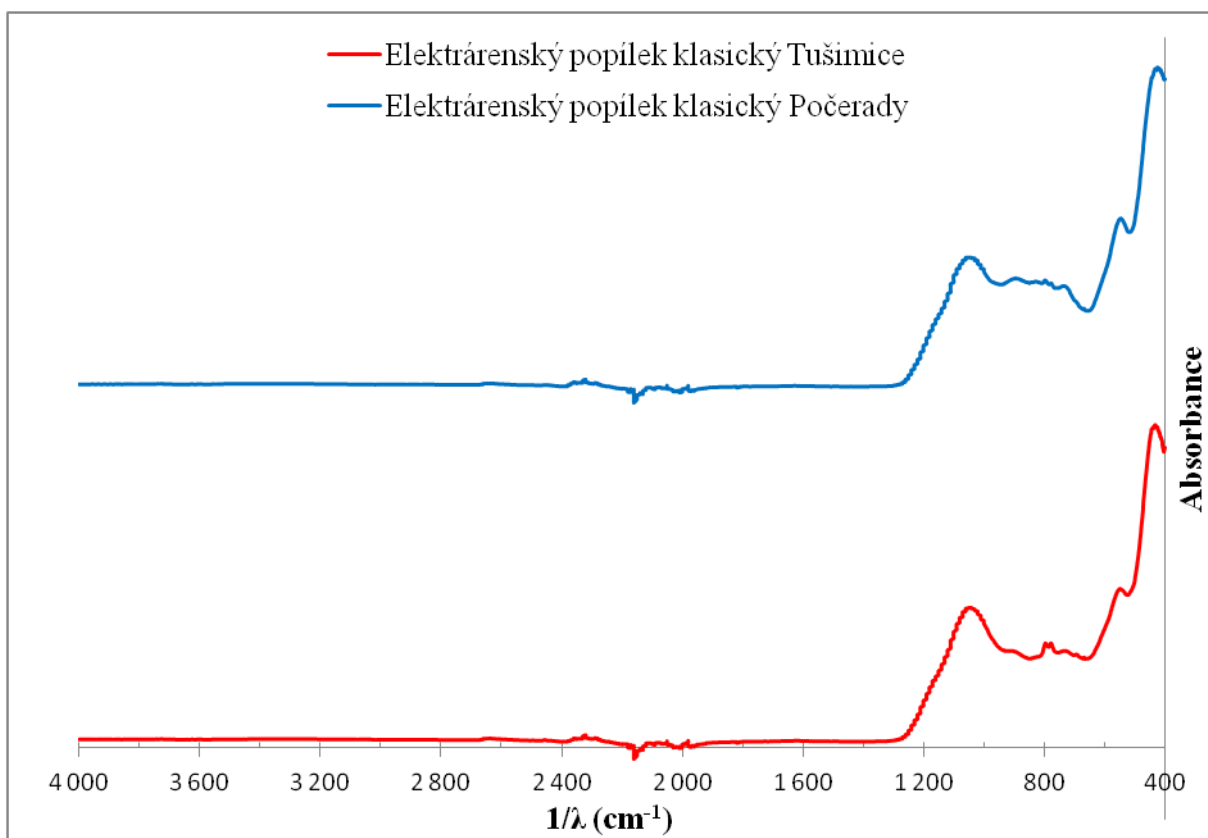


Obrázek 26: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 12: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Material	$1/\lambda \text{ (cm}^{-1}\text{)}$							
Elektrárenský popílek fluidní Tisová	1 095	675	593	436	-	-	-	-
Elektrárenský popílek ložový Tisová	3 642	2 324	1 446	1 093	874	667	610	593

Při vlnočtu $3\,642\text{ cm}^{-1}$ se nachází vibrace O-H vazby z důvodu vlhkosti. Dále je změřen slabý pás iontu CO_3^{2-} na vlnočtu o maximu $1\,446\text{ cm}^{-1}$, který zaujímá vlnočty $1\,550$ až $1\,400\text{ cm}^{-1}$, která způsobuje i pás o vlnočtu 874 cm^{-1} . Oblast vlnočtu $1\,095$ resp. $1\,093\text{ cm}^{-1}$ odpovídá degenerované vibraci iontu SO_4^{2-} . Rozštěpení degenerované vibrace skupiny SO_4^{2-} zobrazují pásy v grafu o vlnočtech 667 a 593 cm^{-1} . Maximum o vlnočtu 436 cm^{-1} indikuje přítomnost Si-O vazby. [25-27]

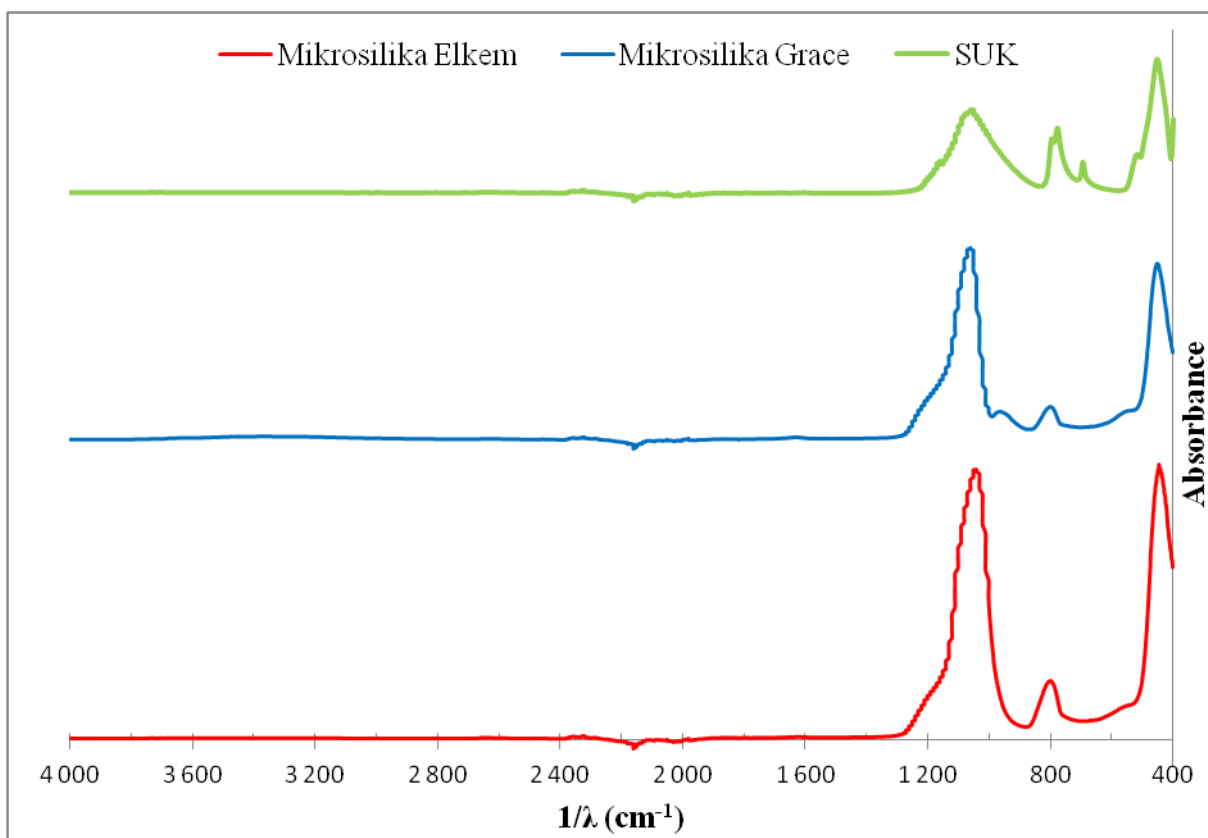


Obrázek 27: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 13: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)		
Elektrárenský popílek klasický Počerady	1 046	547	424
Elektrárenský popílek klasický Tušimice	1 045	795	432

Nad oblastí vymezenou vlnočty 1 150 až 850 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 046 cm⁻¹. Pás o vlnočtu 795 cm⁻¹ indikuje vazbu Al-O. Pás, který ve spektru dosahuje maxima vlnočtu absorpce při 547 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. Na vlnočtech 432 resp. 424 cm⁻¹ se nachází deformační mód Si-O vazby. [25-27]

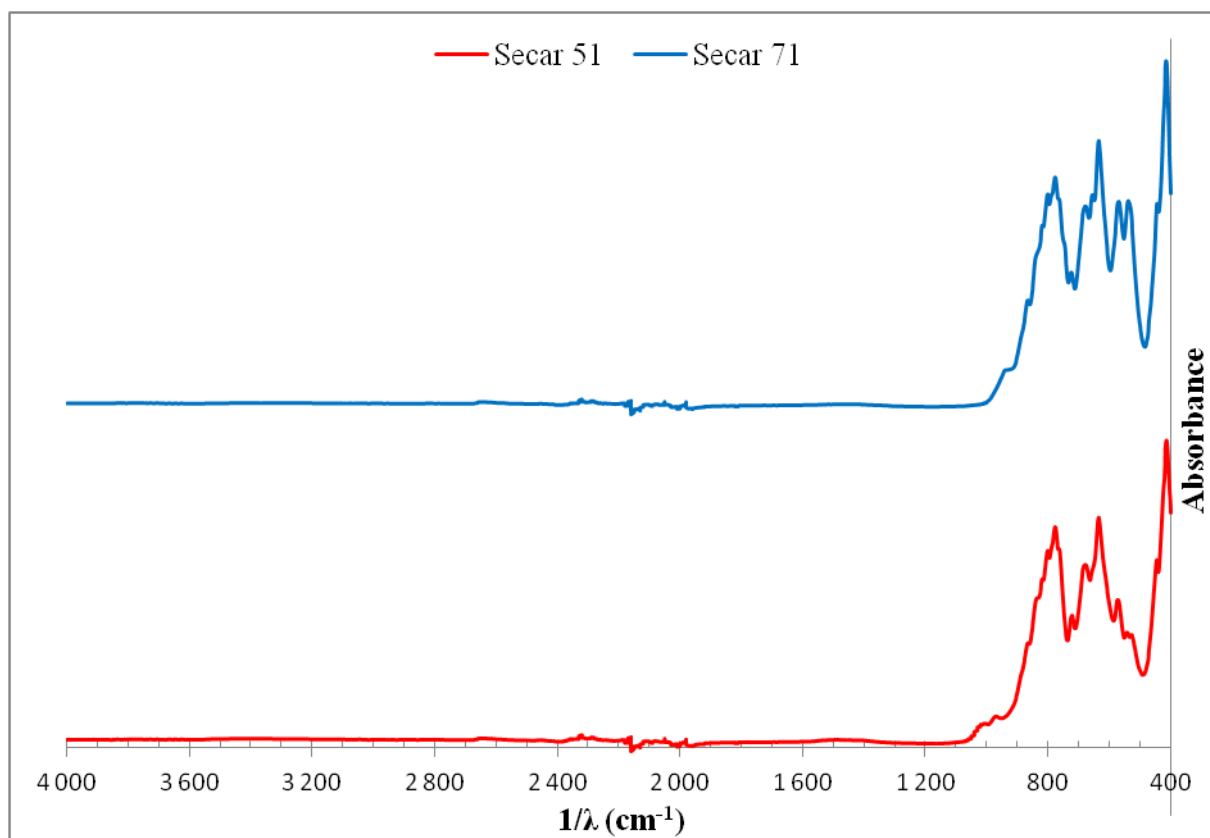


Obrázek 28: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 14: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)				
	1 024	799	443	-	-
Mikrosilika Elkem	1 024	799	443	-	-
Mikrosilika Grace	1 061	798	451	-	-
SUK	1 058	795	777	694	452

V oblasti vysokých energií střední IR oblasti není pozorována absorbance. U mikrosiliky Elkem i Grace je pozorován velmi intenzivní pás na vlnočtech v rozmezí 1 150 až 1 000 cm⁻¹ s vrcholem pásů při vlnočtech 1 023, 1 061 a 1 058 cm⁻¹. V tomto rozsahu se opět objevují valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maxima odpovídají valenční vibrace Si-O vazby. Tomuto iontu odpovídá také pás o vlnočtu 798 a pás o vlnočtu 451 cm⁻¹. [25-27]

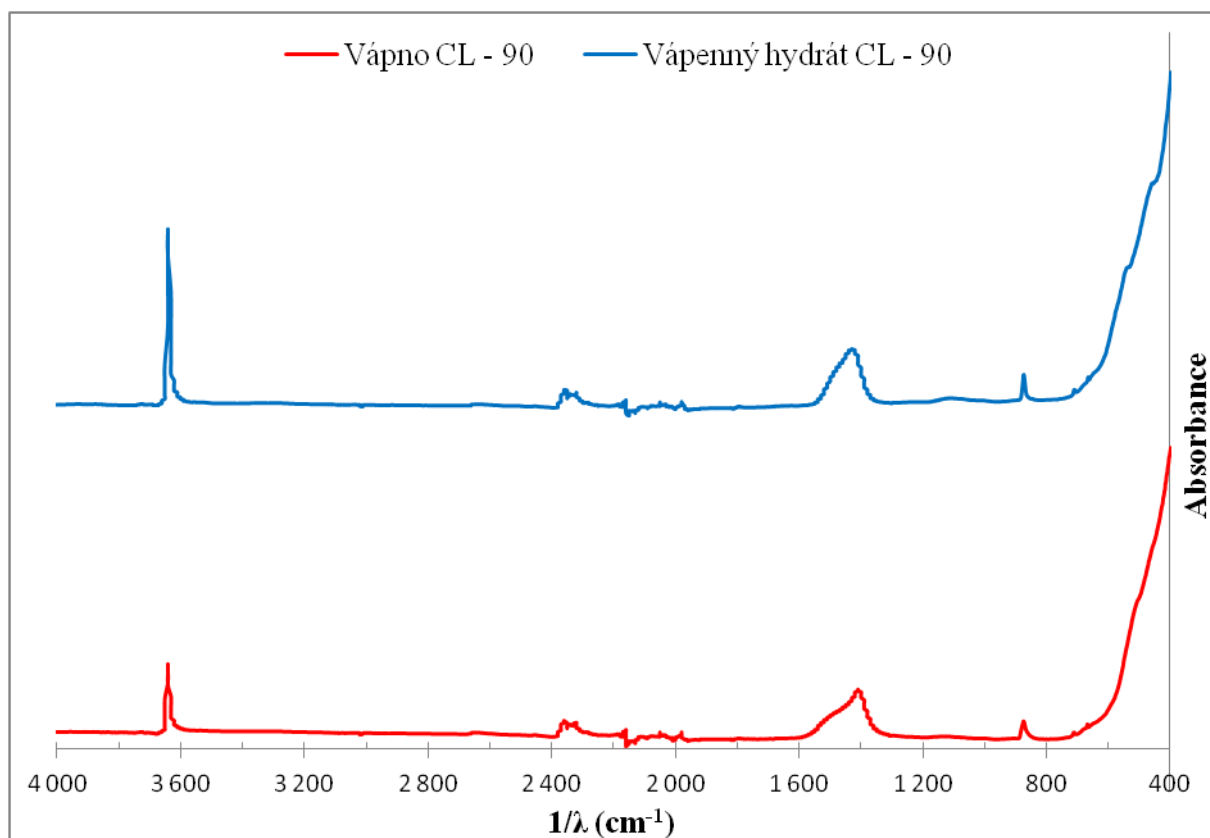


Obrázek 29: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 15: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)							
	776	722	678	635	572	446	413	-
Secar 51	776	722	678	635	572	446	413	-
Secar 71	801	777	724	678	634	596	538	414

V oblastech vysokých energií střední IR oblasti nepozorujeme u analyzovaných vzorků výraznou absorbanci. Secar je hydraulické pojivo s velmi vysokým obsahem oxidu hlinitého. Z grafu lze odečíst pásy o vlnočtech 777 a 776 cm⁻¹, které odpovídají deformačnímu módu vazby Si-O. V oblasti omezené vlnočty 900 až 760 cm⁻¹ se nachází široký absorpční pás valenčních vibrací Al-O vazby. Mezi vlnočty 600–500 cm⁻¹ a okolo 400 cm⁻¹ se nachází absorpční pásy iontu [AlOH₄]⁻. [25-27]

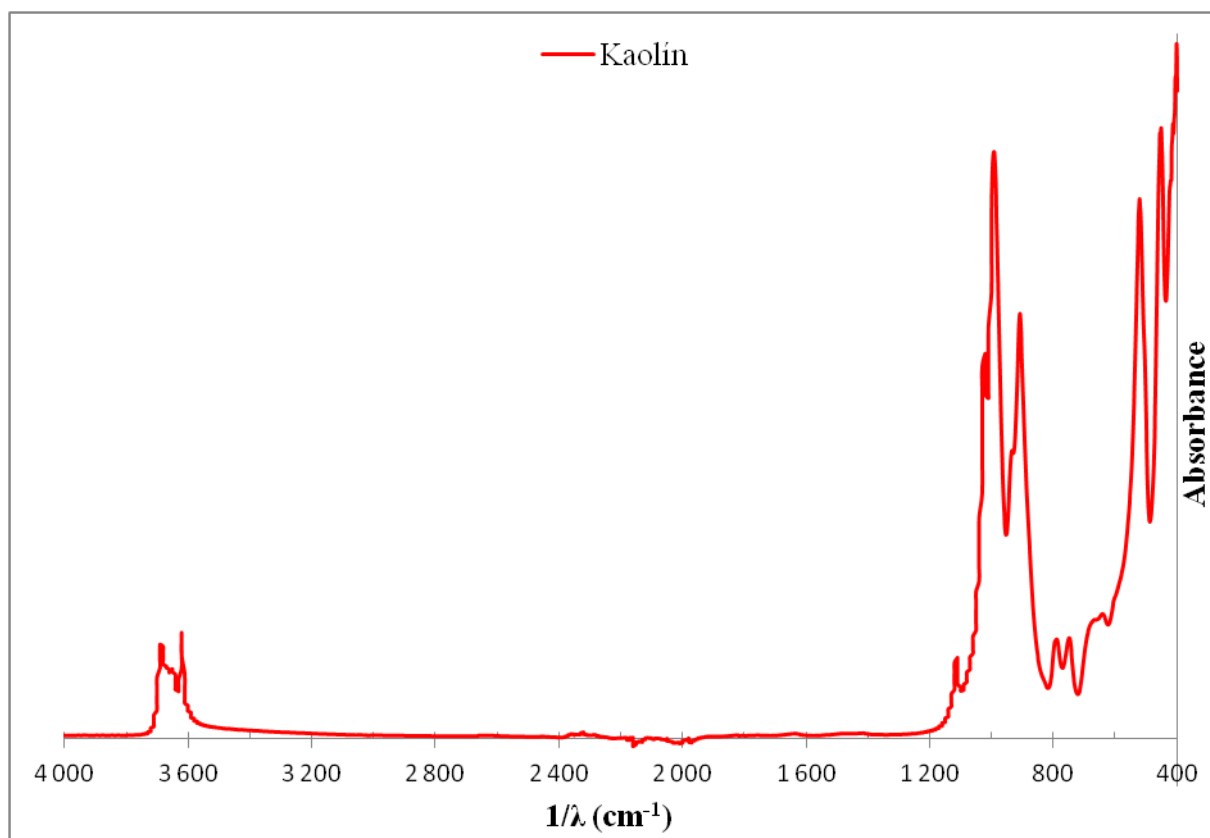


Obrázek 30: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 16: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)					
	3 640	2 359	1 432	876	-	-
Vápenný hydrát CL - 90	3 640	2 359	1 432	876	-	-
Vápno CL - 90	3 640	2 359	2 050	1 980	1 409	874

Na počátku oblasti vysokých energií střední IR oblasti je pozorován u zkoumaných vzorků intenzivní absorpční pás, který indikuje přítomnost portlanditu. Portlandit ve shodě s ostatními hydroxidy alkalických zemin vykazuje ve spektru ostrý intenzivní pás valenční vibrace O-H vazby, kterému náleží vlnočty 3 640 cm⁻¹. Na tomto grafu vidíme oblast pásu vymezeného vlnočty 1 500 až 1 400 cm⁻¹. Tato oblast odpovídá iontu CO₃²⁻. [25-27]



Obrázek 31: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

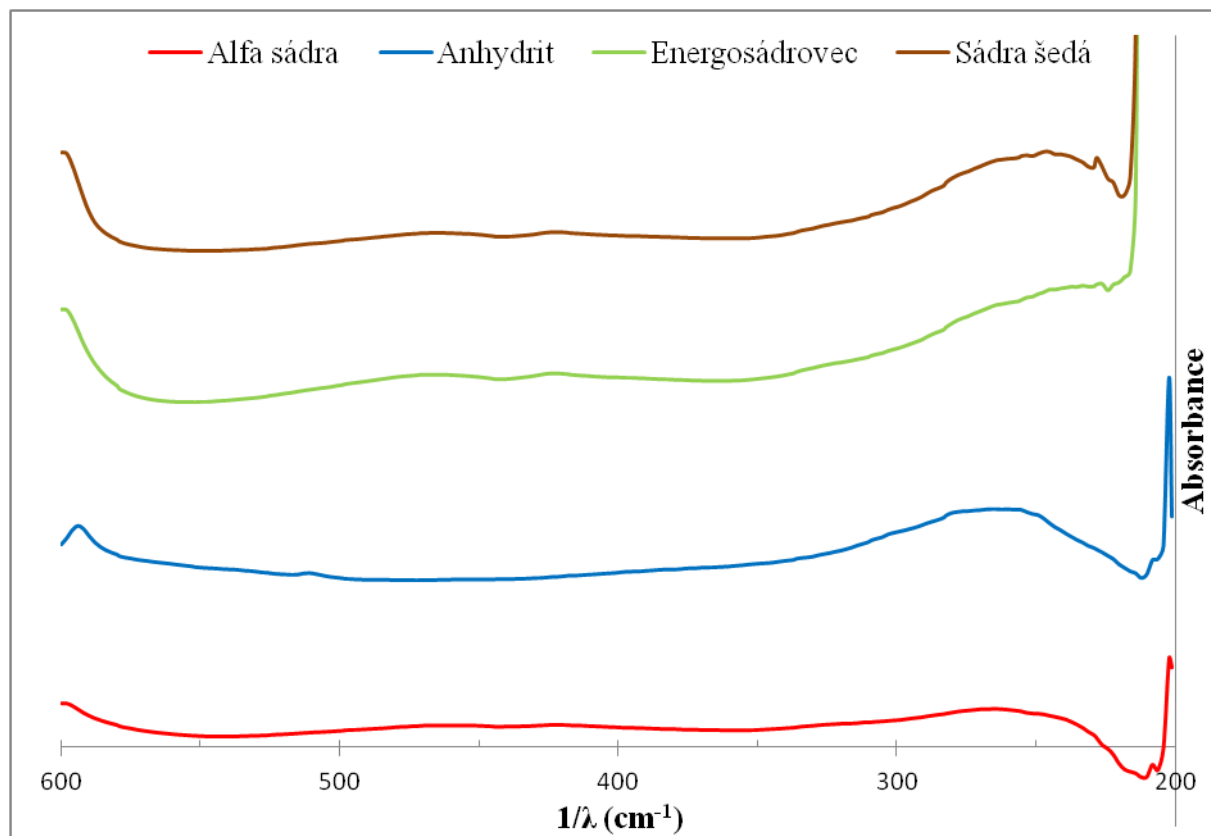
Tabulka 17: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)					
Kaolín	3 686	3 619	1 114	1 023	993	909
	789	749	520	452	401	-

Hydroxylovým skupinám na vnější straně dioktaedrické sítě kaolinitu náleží ve spektru vibrační módy s maximem absorpce při 3 686 a 3 619 cm⁻¹. Tyto pásy náleží valenčním vibracím AlO-H vazby. Nad oblastí omezenou vlnočty 1 150 až 850 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy kaolinitu. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 114 cm⁻¹. Pásy v oblasti 1 023 a 993 cm⁻¹ jsou interpretovány jako asymetrické a symetrické valenční vibrace Si-O-Si můstku. Rovinnou deformační vibraci hydroxylových skupin náleží pásu o vlnočtu 909 cm⁻¹. Dalšími typickými translačními módy vibrací hydroxylových skupin jsou pásy o vlnočtech 789 a 749 cm⁻¹. Na nižších vlnočtech v daleké infračervené oblasti se nacházejí perpendikulární a deformační módy Si-O vazby. [25-27]

5.3 Měření KBr tabletou ve FAR

K identifikaci struktur zkoumaných vzorků byla použita metoda KBr tabletou. Rozsah měření byl zvolen 600 až 200 cm^{-1} . Počet kumulovaných spekter v rámci jednoho stanovení byl 128 a minimální vzdálenost v cm^{-1} na kterou lze rozlišit mezi dvěma píky byla nastavena na 4. Analyzované vzorky byly měřeny na spektrometru iS 50.

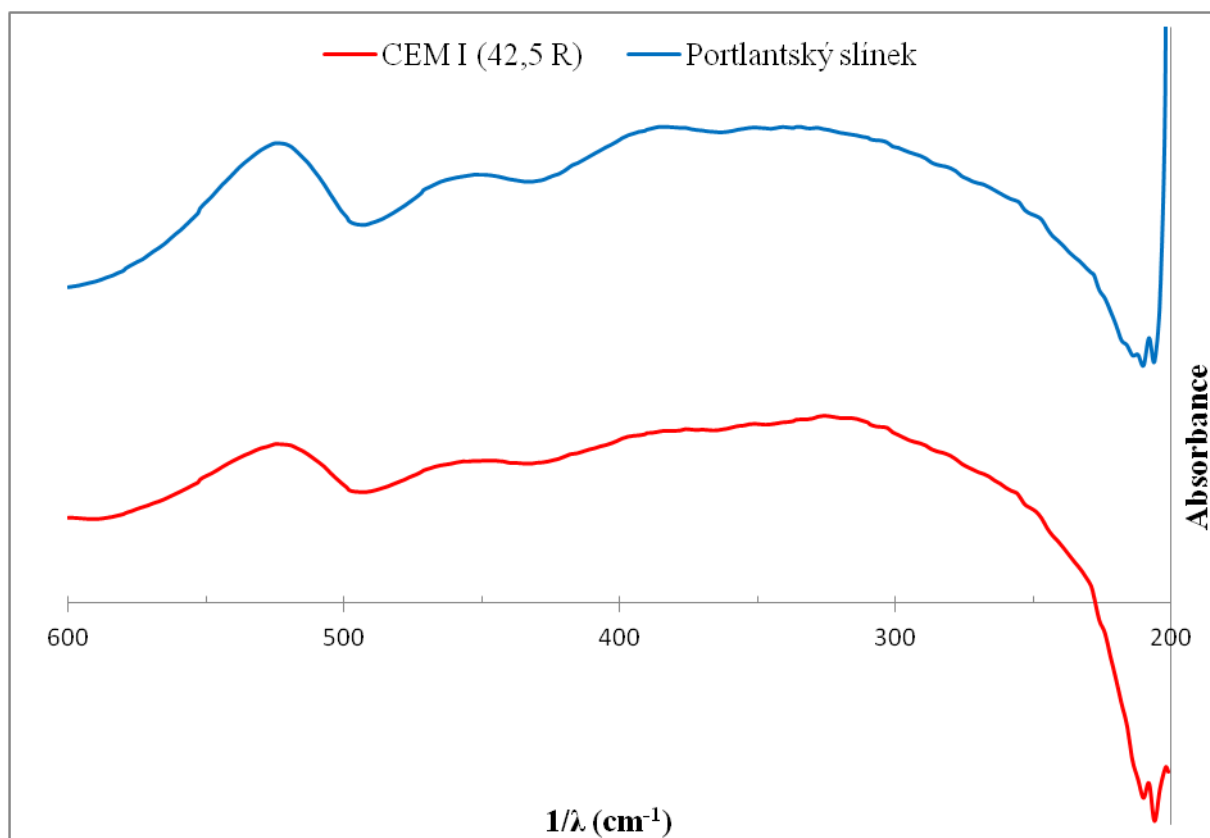


Obrázek 32: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 18: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)			
	422	265	208	202
Alfa sádra	422	265	208	202
Anhydrit	594	266	202	-
Energosádrovec	423	-	-	-
Sádra šedá	246	228	-	-

Splitu fundamentální frekvence aniontu SO_4^{2-} ve spektru náleží pás s maximem vlnočtu 594 cm^{-1} . Z výsledných spekter analyzovaných vzorků lze vidět, že touto metodou pro zvolenou oblast vlnočtu se nezobrazují jednotlivé pásy. Pro vlnočty 220 cm^{-1} a nižší byla absorbance již mimo měřicí rozsah přístroje. [25-27]

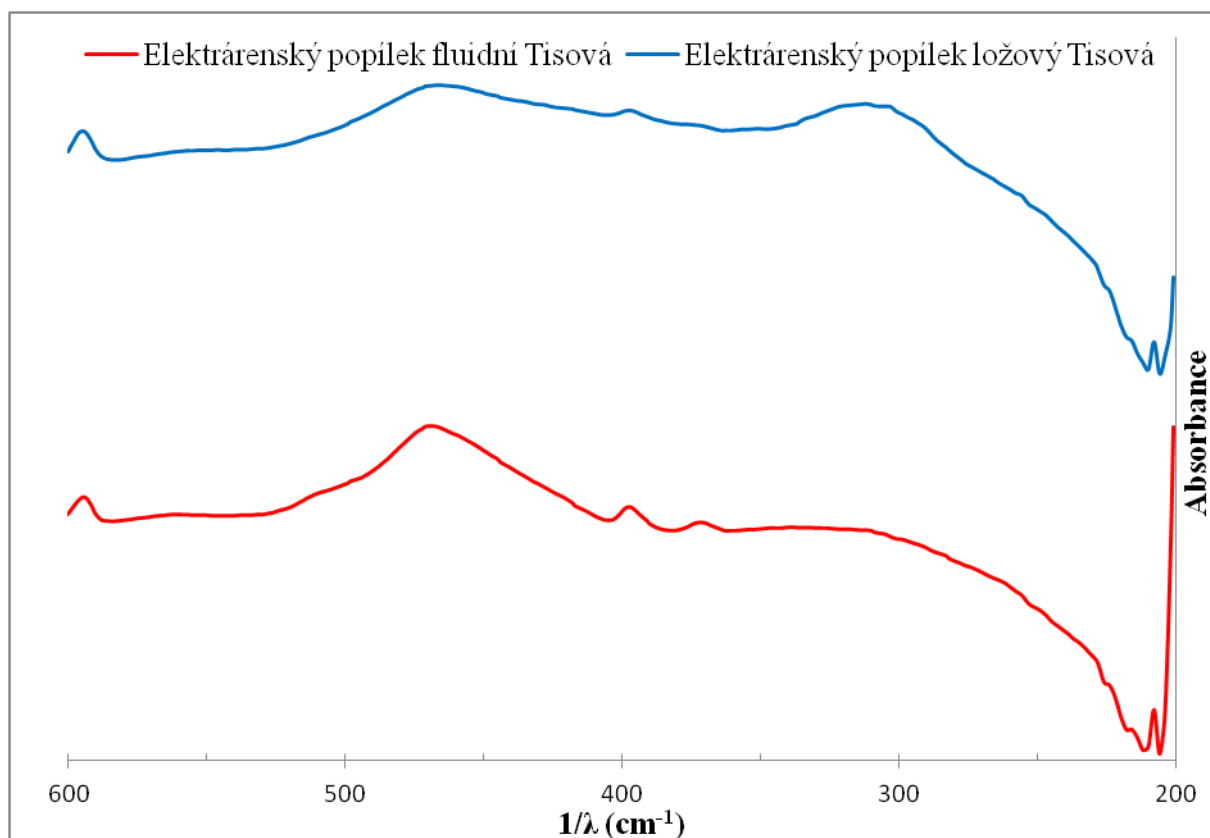


Obrázek 33: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 19: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	$1/\lambda$ (cm⁻¹)		
CEM I (42,5 R)	524	326	209
Portlandský slínek	524	335	208

V naměřeném spektru se zřetelně projevuje intenzivní fundamentální frekvence tetraedrického aniontu SiO_4^{4-} na vlnočtu 524 cm^{-1} . Poté již jednotlivé pásy splývají a nelze z nich interpretovat výsledek. Pro vlnočty 220 cm^{-1} a nižší byla absorbance pro portlantský slínek již mimo měřicí rozsah přístroje. [25-27]

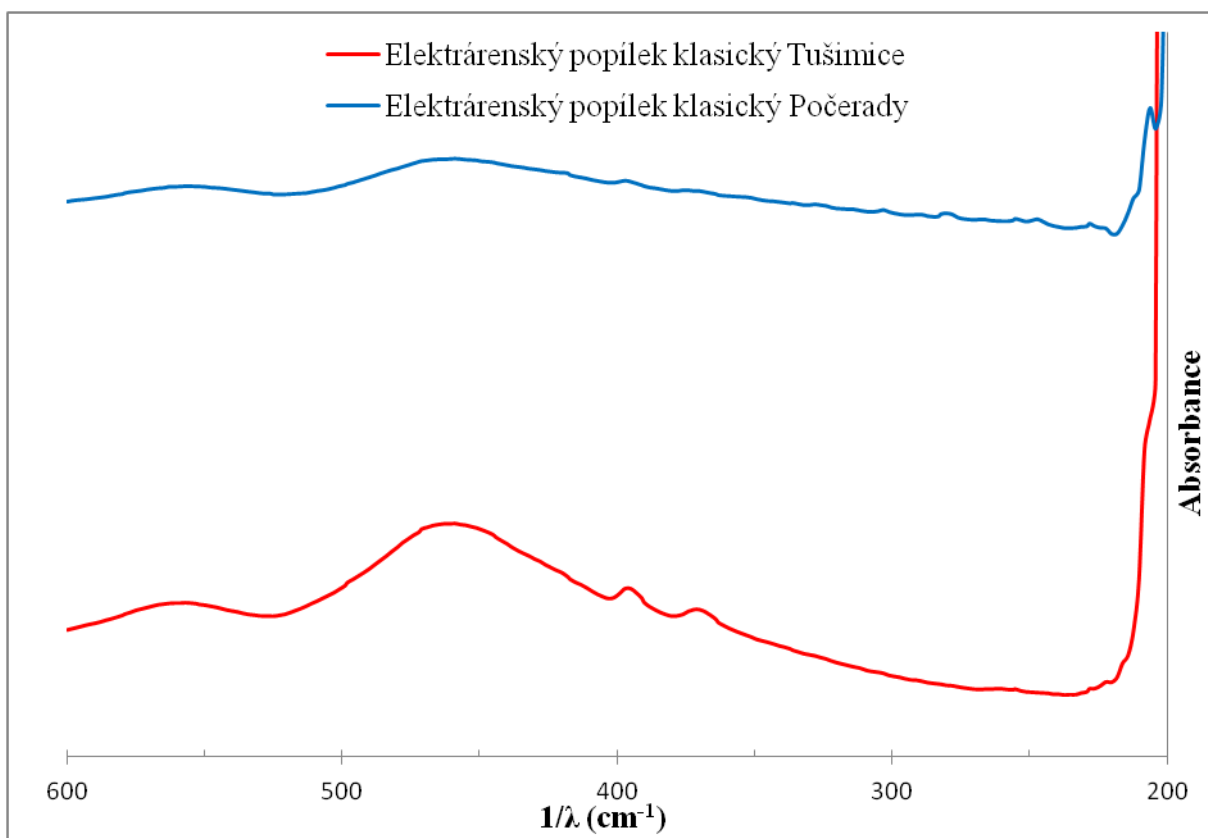


Obrázek 34: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 20: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	$1/\lambda$ (cm⁻¹)			
Elektrárenský popílek fluidní Tisová	594	469	398	208
Elektrárenský popílek ložový Tisová	595	466	313	208

Rozštěpení degenerované vibrace skupiny SO_4^{2-} indikují pásy o vlnočtu 594 resp. 595 cm^{-1} . Maximum o vlnočtu 466 cm^{-1} indikuje přítomnost Si-O vazby. V oblasti nízkých energií daleké IR oblasti se dále nacházejí pásy oxidu hlinitého, které již nejsou zcela identifikovány. [25-27]

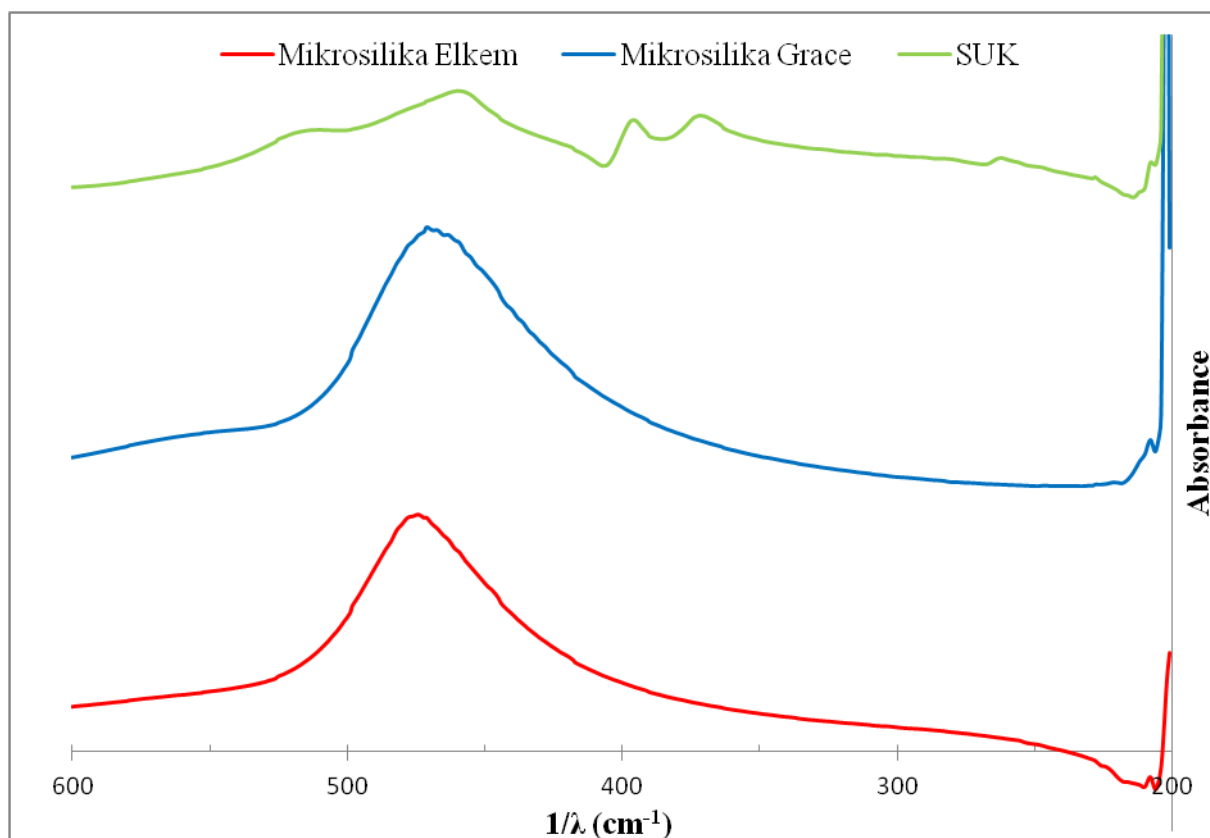


Obrázek 35: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 21: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	$1/\lambda$ (cm⁻¹)		
Elektrárenský popílek klasický Počeradý	556	459	206
Elektrárenský popílek klasický Tušimice	459	-	-

Pás, který ve spektru dosahuje maxima vlnočtu při 556 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. Na vlnočtu 459 cm⁻¹ se nachází deformační mód Si-O vazby. Velmi slabé pásy o nižších vlnočtech dokazují opět přítomnost oxidu hlinitého. Pro vlnočty, které se blíží k hodnotám 200 cm⁻¹ byla absorbance již mimo měřící rozsah přístroje. [25-27]

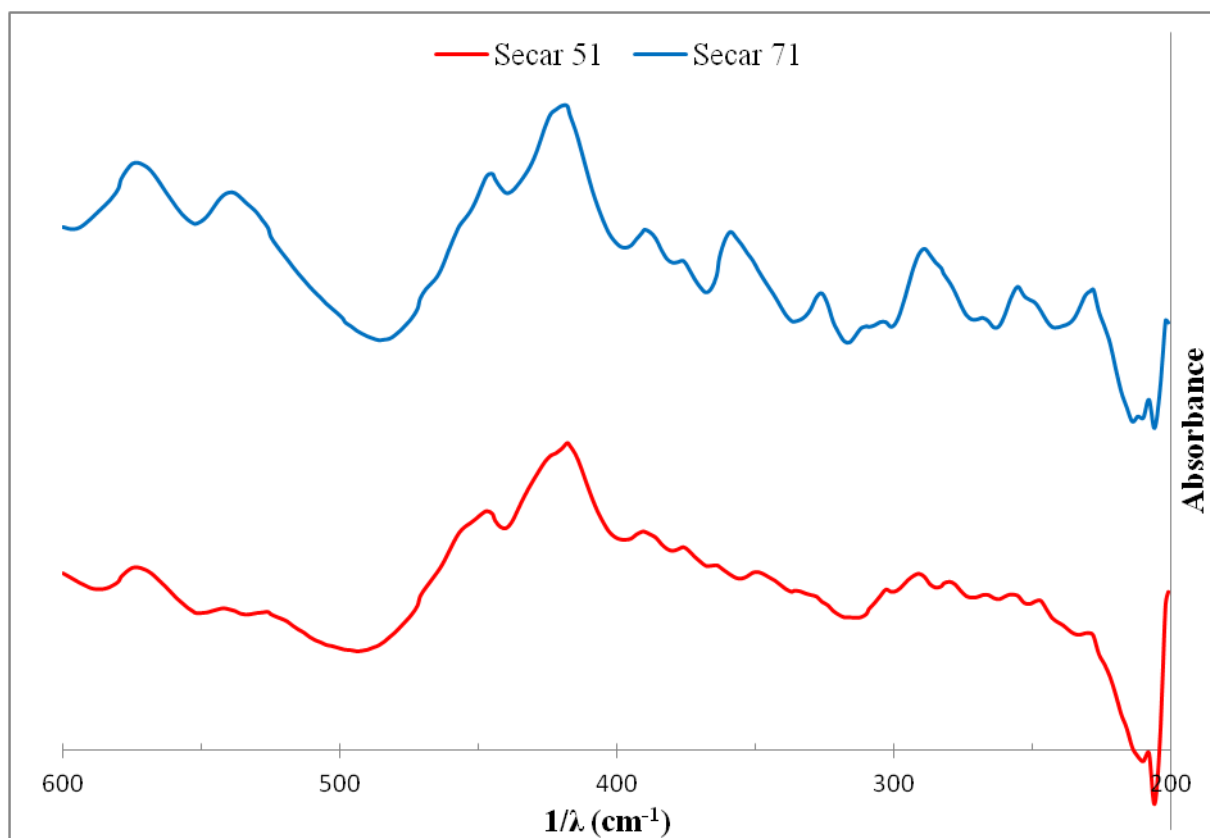


Obrázek 36: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 22: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)		
Mikrosilika Elkem	475	208	-
Mikrosilika Grace	470	208	202
SUK	459	396	372

Pás vymezený vlnočty 500 až 400 cm⁻¹ s maximem 470 cm⁻¹ byl interpretován jako důkaz přítomnosti SiO₂. Jelikož SUK je přírodního původu, obsahuje pásy o nižším vlnočtu z důvodu nečistot ostatních oxidů. Pro vlnočty menší než 220 cm⁻¹ byla absorbance mimo měřicí rozsah spektrometru. [25-27]

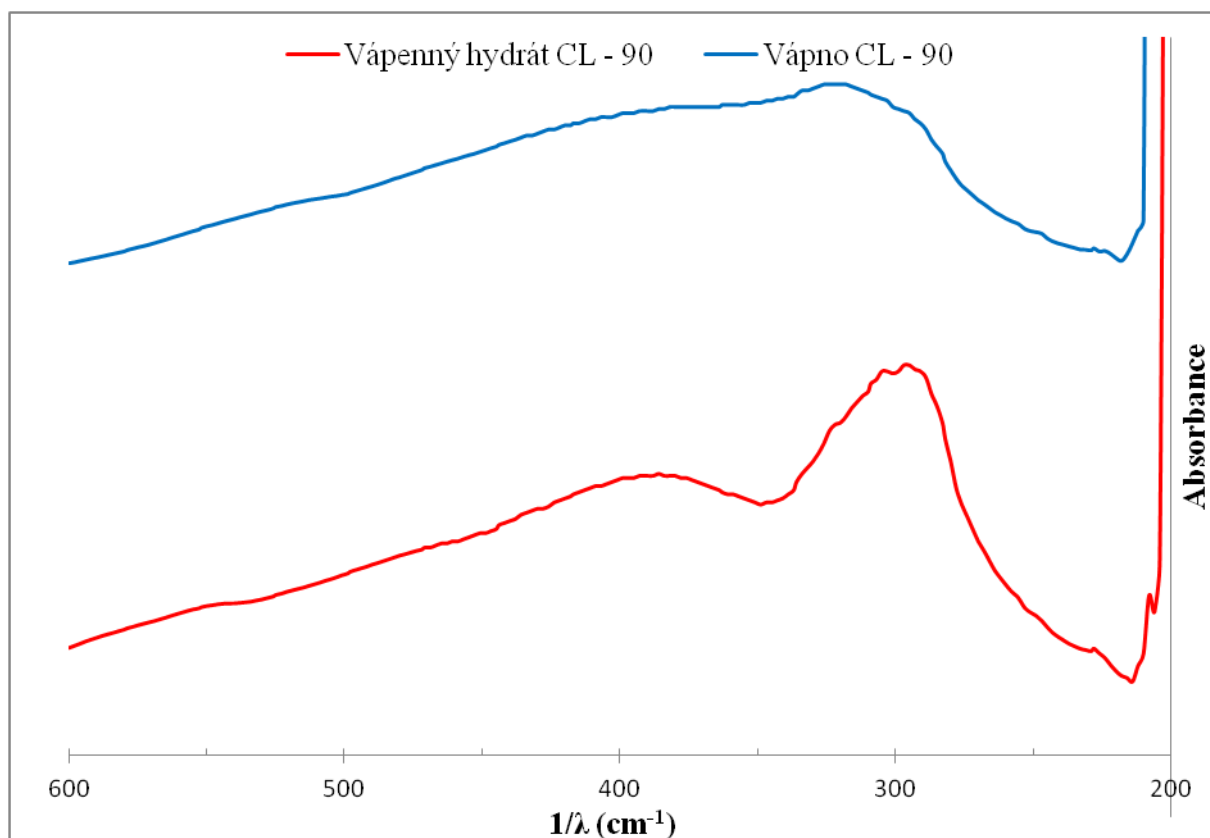


Obrázek 37: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 23: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)					
	573	447	418	291	-	-
Secar 71	573	539	446	419	389	359
	326	289	255	228	208	-

Mezi vlnočty 600–550 cm⁻¹ se nachází absorpční pásy iontu [AlOH₄]⁻. Pás při vlnočtu 539 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. V rozmezí vlnočtů 500 až 400 cm⁻¹ se projevuje přítomnost SiO₂. Důkaz, že secar 71 obsahuje větší množství oxidu hlinitého než secar 51, nám poskytuje toto výsledné spektrum. Spektrum vzorku secar 71 obsahuje identické pásy jako secar 51, rozdíl je pouze v intenzitě, která je vyšší u vzorku s větším obsahem oxidu hlinitého. [25-27]

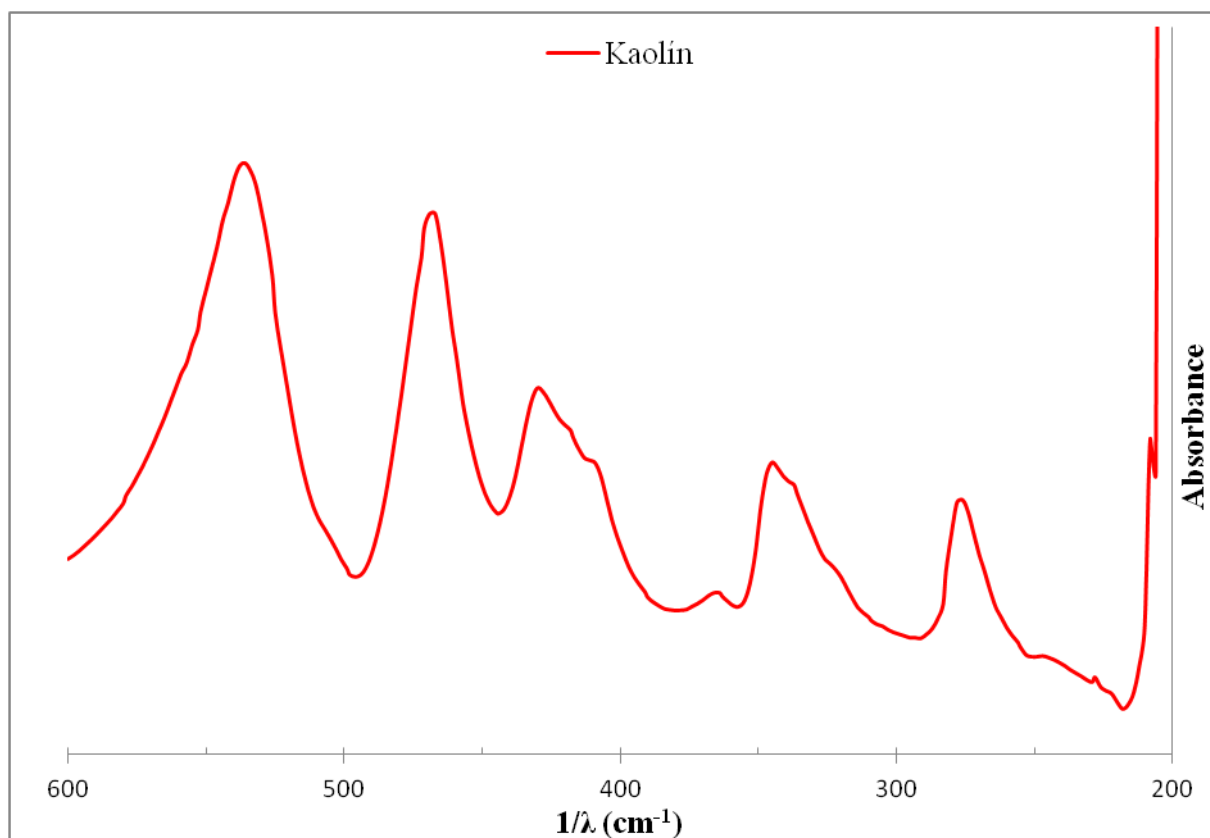


Obrázek 38: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Tabulka 24: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	$1/\lambda$ (cm⁻¹)		
Vápenný hydrát CL - 90	386	295	208
Vápno CL - 90	322	-	-

Přítomnost pásů v oblasti o vlnočtech 295 cm⁻¹ a nižších ukazují na přítomnost O-H skupiny vyskytující se v analyzovaných vzorcích ze vzduchu. Pro vlnočty 220 cm⁻¹ a nižší byla absorbance obou analyzovaných vzorků mimo měřicí rozsah přístroje. [25-27]



Obrázek 39: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

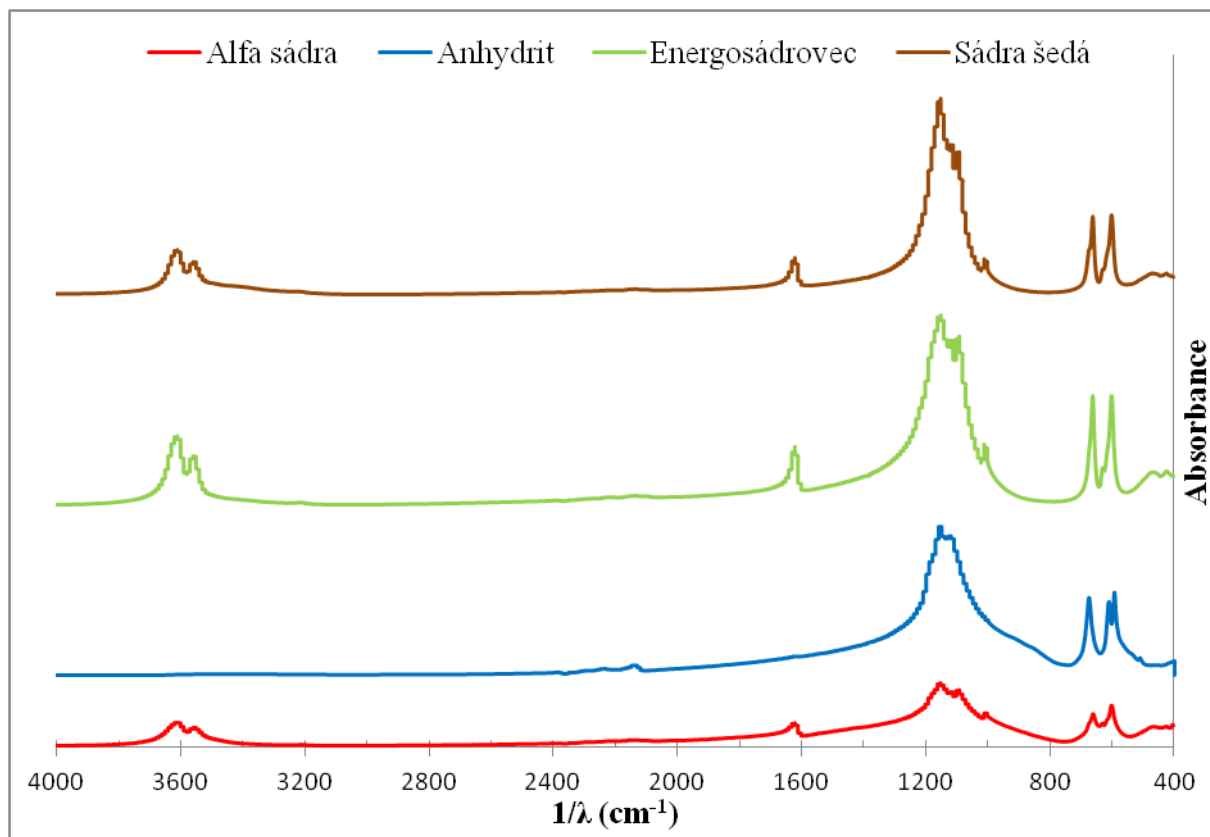
Tabulka 25: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti FAR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)					
	536	468	429	345	276	208
Kaolín						

Pás, který ve spektru dosahuje maxima vlnočtu při 536 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. Tento kyslík propojuje tetraedrickou a dioktaedrickou síť ve struktuře analyzovaného materiálu. Na vlnočtech 468 a 429 cm⁻¹ se nachází perpendikulární a deformační módy Si-O vazby. [25-27]

5.4 Měření KBr tabletou v MIR

Nyní byla zvolena metoda KBr tabletou v oblasti $4\,000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. Tato zvolená oblast odpovídá střední IR oblasti. Poté byly parametry měření na spektrometru iS 10 nastaveny následovně. Počet scanů byl nastaven na hodnotu 256 s rozlišením 4.

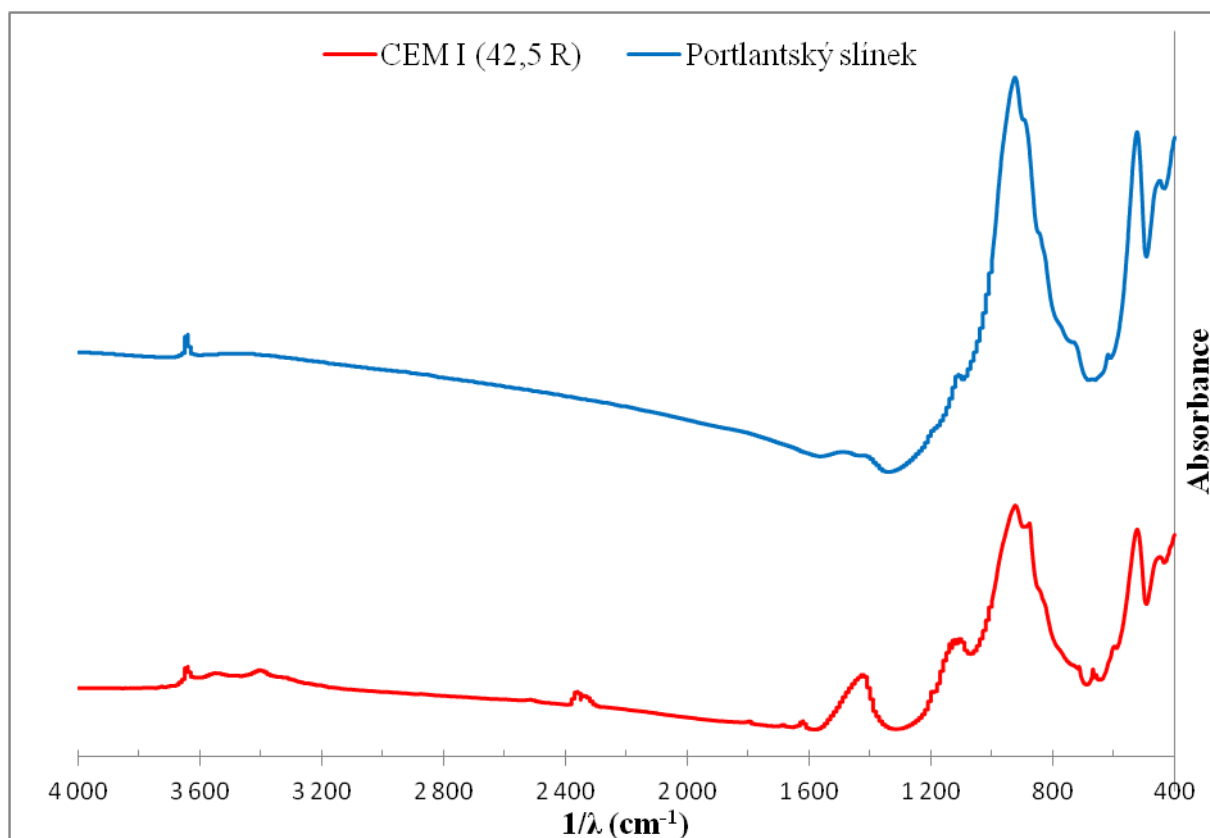


Obrázek 40: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 26: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	$1/\lambda\text{ (cm}^{-1}\text{)}$								
Alfa sádra	3 610	3 554	1 621	1 152	1 093	1 005	659	599	-
Anhydrit	2 133	1 155	676	612	594	-	-	-	-
Energosádrovec	3 611	3 556	1 620	1 152	1 115	1 093	1 007	660	599
Sádra šedá	3 611	3 556	1 621	1 152	1 115	1 094	1 007	660	599

V oblasti vysokých energií střední IR oblasti se nachází oblast valenčních vibrací O-H vazby. Tyto pásy se objevují v důsledku přítomnosti vázaných hydrátů při vlnočtech $3\,610\text{ cm}^{-1}$. Výjimku tvoří anhydrit, který ve struktuře nemá vázanou vodu. Z grafu lze interpretovat pásy o vlnočtu $1\,620\text{ cm}^{-1}$, což značí valenční vibrace O-H vazby. Je to opět způsobeno hydráty. Pás, který má vlnočtu $1\,093\text{ cm}^{-1}$ způsobuje přítomný CaSO_4 . Nad oblastí omezenou vlnočty $1\,150\text{ až }850\text{ cm}^{-1}$ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy materiálů. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru použitých vzorků nachází na vlnočtu $1\,115\text{ cm}^{-1}$. Pás o vlnočtu $1\,008\text{ cm}^{-1}$ je přiřazen valenční vibraci Si-O-Si můstku. Na vlnočtech $659\text{ a }599\text{ cm}^{-1}$ se nacházejí další deformační módy Si-O vazby. [25-27]

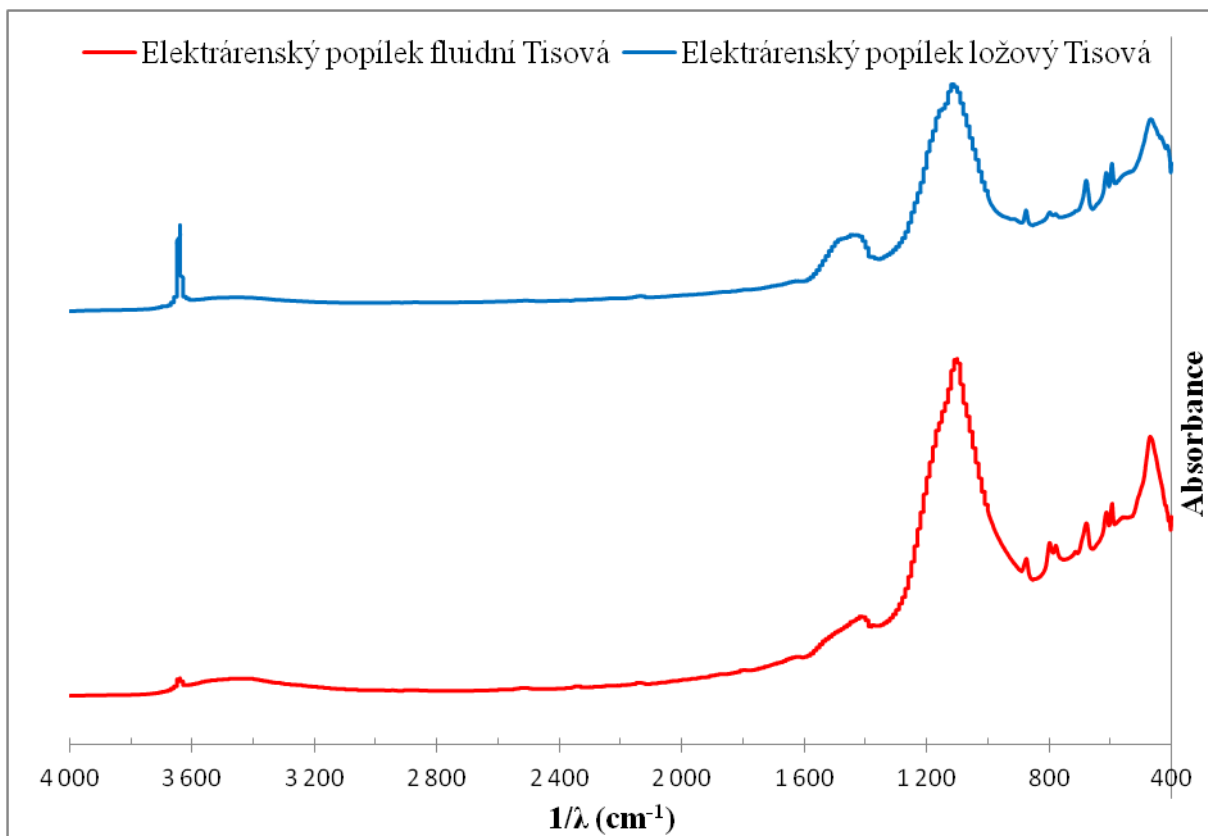


Obrázek 41: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 27: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)				
	3 643	925	524	-	-
Portlandský slínek	3 643	925	524	-	-
CEM I (42,5 R)	3 642	3 404	2 361	1 620	1 424
	1 102	924	668	523	-

U výše analyzovaných vzorků je s rostajícím vlnočtem pozorován vliv vzdušné vlhkosti. I přes toto ovlivnění jsou ve spektru rozlišeny pásy s vlnočty 3 642 a 3 404 cm⁻¹. Tyto pásy způsobují valenční vibrace O-H vazby ze struktury vzorků. Ve spektru cementu se nachází pás CaCO₃ při maximu o vlnočtu 1 424 cm⁻¹. Tato složka způsobuje pás o rozsahu 1 550 až 1 400 cm⁻¹. Pás se zde nachází z důvodu přidání 5 % hmot. CaCO₃ jako inertní příměs do slínku. Splitu fundamentální frekvence tohoto aniontu ve spektru náleží pás s maximem vlnočtu 668 cm⁻¹. Pás v oblasti vlnočtů 1 150 až 800 cm⁻¹ s maximy o 1 102 a 924 cm⁻¹ odpovídá SiO₂. Dále se zde také zřetelně projevuje intenzivní fundamentální frekvence tetraedrického aniontu SiO₄⁴⁻ na vlnočtu 523 cm⁻¹. [25-27]

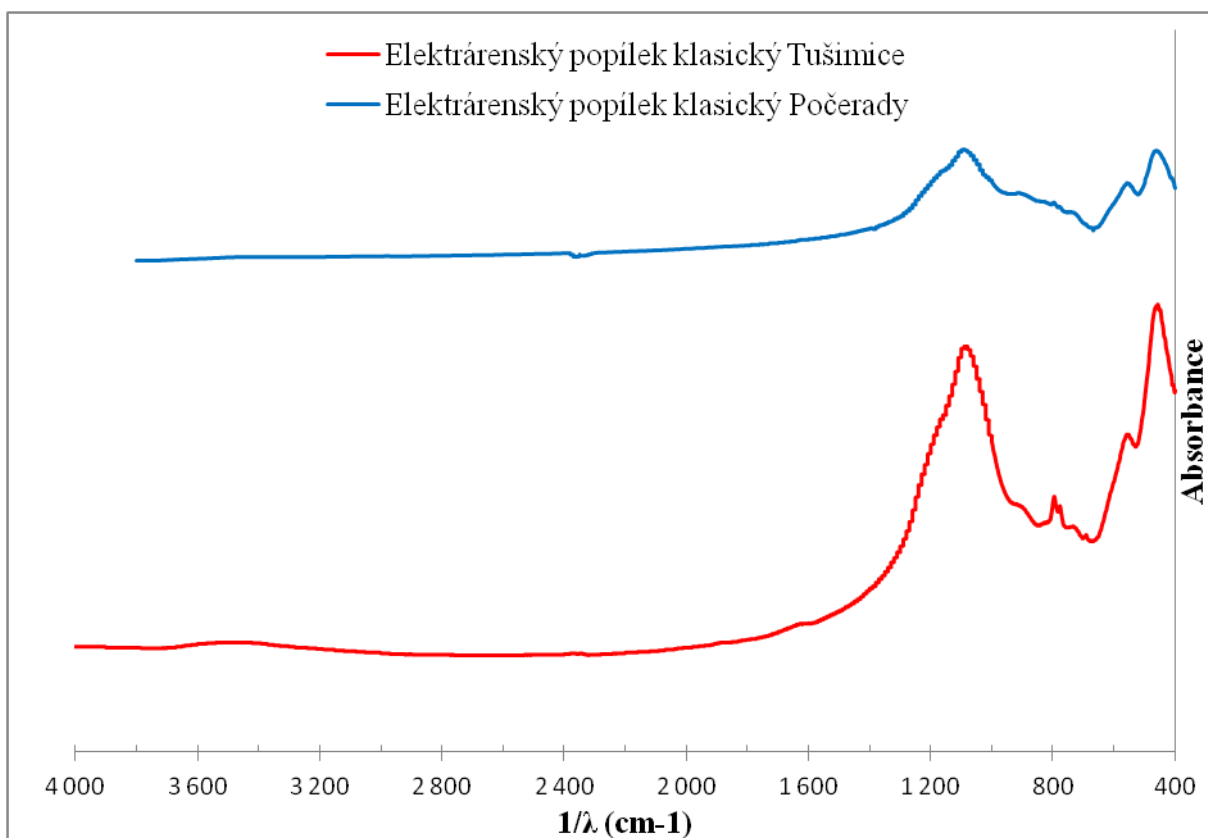


Obrázek 42: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 28: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ								
	3 642	1 447	1 115	875	679	613	594	467	-
Elektrárrenský popílek ložový Tisová	3 642	1 447	1 115	875	679	613	594	467	-
Elektrárrenský popílek fluidní Tisová	3 642	1 411	1 101	874	798	678	612	594	470

Při vlnočtu $3\,642\text{ cm}^{-1}$ se nachází vibrace O-H vazby z důvodu vlhkosti. Na těchto pásech, které jsou na totožném vlnočtu jako u stejných vzorků měřených pomocí ATR nástavce, vidíme, že při přípravě KBr tablety se ve větší míře uplatňuje vzdušná vlhkost, protože zde jsou pásy mnohem intenzivnější. Dále je změřen slabý pás iontu CO_3^{2-} na vlnočtu $1\,447\text{ cm}^{-1}$. Tento iont způsobuje také pás o vlnočtu 875 cm^{-1} . Oblast vlnočtu $1\,115$ resp. $1\,101\text{ cm}^{-1}$ odpovídá degenerované vibraci iontu SO_4^{2-} . Rozštěpení degenerované vibrace skupiny SO_4^{2-} zobrazují pásy v grafu o vlnočtech 679 , 594 a 467 cm^{-1} . [25-27]

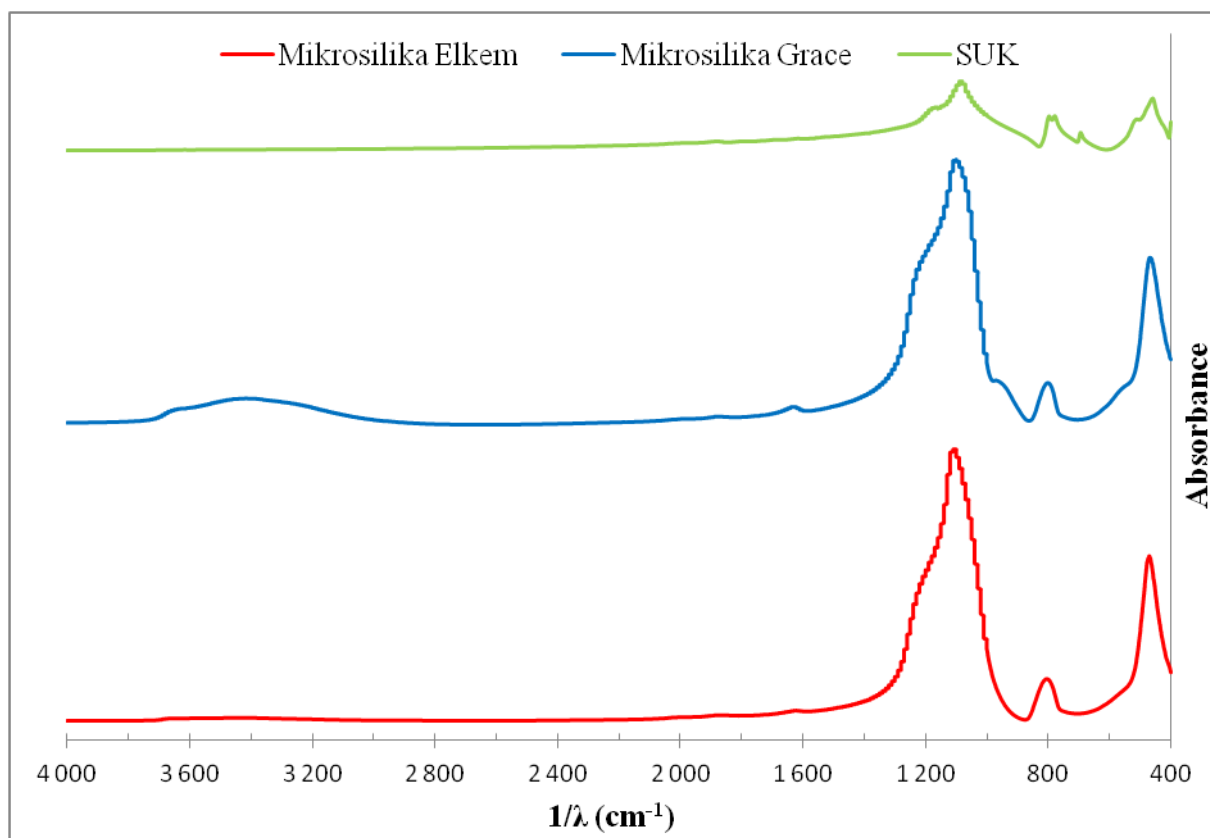


Obrázek 43: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 29: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)			
Elektrárenský popílek klasický Počerady	1 093	558	463	-
Elektrárenský popílek klasický Tušimice	1 086	796	552	457

Nad oblastí omezenou vlnočty 1 150 až 850 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maximum pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 093 resp. 1 086 cm⁻¹. Vlnočet 796 cm⁻¹ indikuje vazbu Al-O. Na vlnočtech 463 cm⁻¹ se nachází deformační mód Si-O vazby. Pás, který ve spektru dosahuje maxima vlnočtu absorpce při 558 resp. 552 cm⁻¹ náleží deformaci Si-O-Al můstku. [25-27]

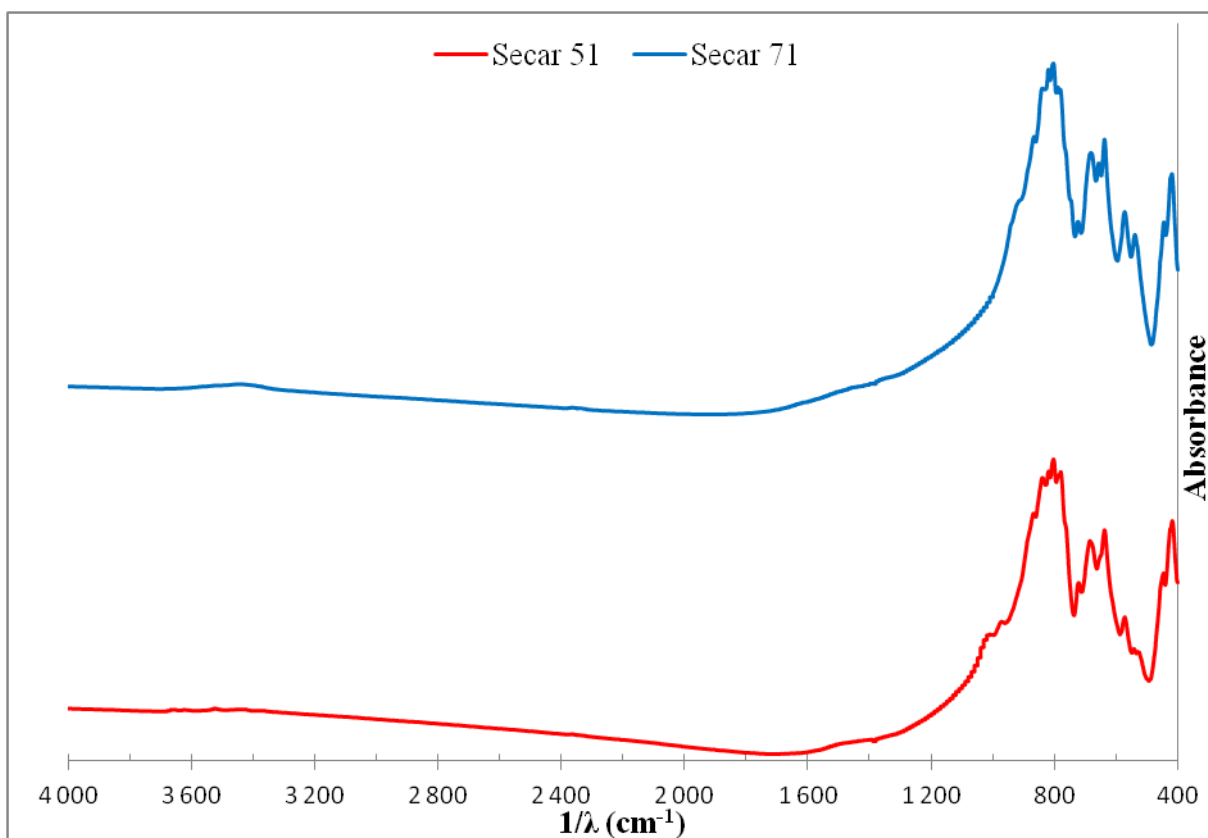


Obrázek 44: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 30: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)				
	1 108	805	470	-	-
Mikrosilika Elkem	1 108	805	470	-	-
Mikrosilika Grace	3 418	1 100	800	467	-
SUK	1 083	797	779	694	459

V oblasti vysokých energií střední IR oblasti nepozorujeme absorbanci. Pouze u mikrosiliky Grace pozorujeme zvýšení absorbance z důvodů vlhkosti. U mikrosilik Elkem i Grace je pozorován velmi intenzivní pás na vlnočtech v rozmezí 1 150 až 900 cm⁻¹ s vrcholem pásů při vlnočtech 1 108, 1 100 a 1 083 cm⁻¹. V tomto rozsahu se vyskytují valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy. Maximum odpovídají valenční vibrace Si-O vazby. Této skupině odpovídá také pás o vlnočtu 797 a pás o vlnočtu 459 cm⁻¹. Změřené pásy u vzorku SUK, které se nevyskytují u mikrosilik, způsobují přírodní nečistoty. [25-27]

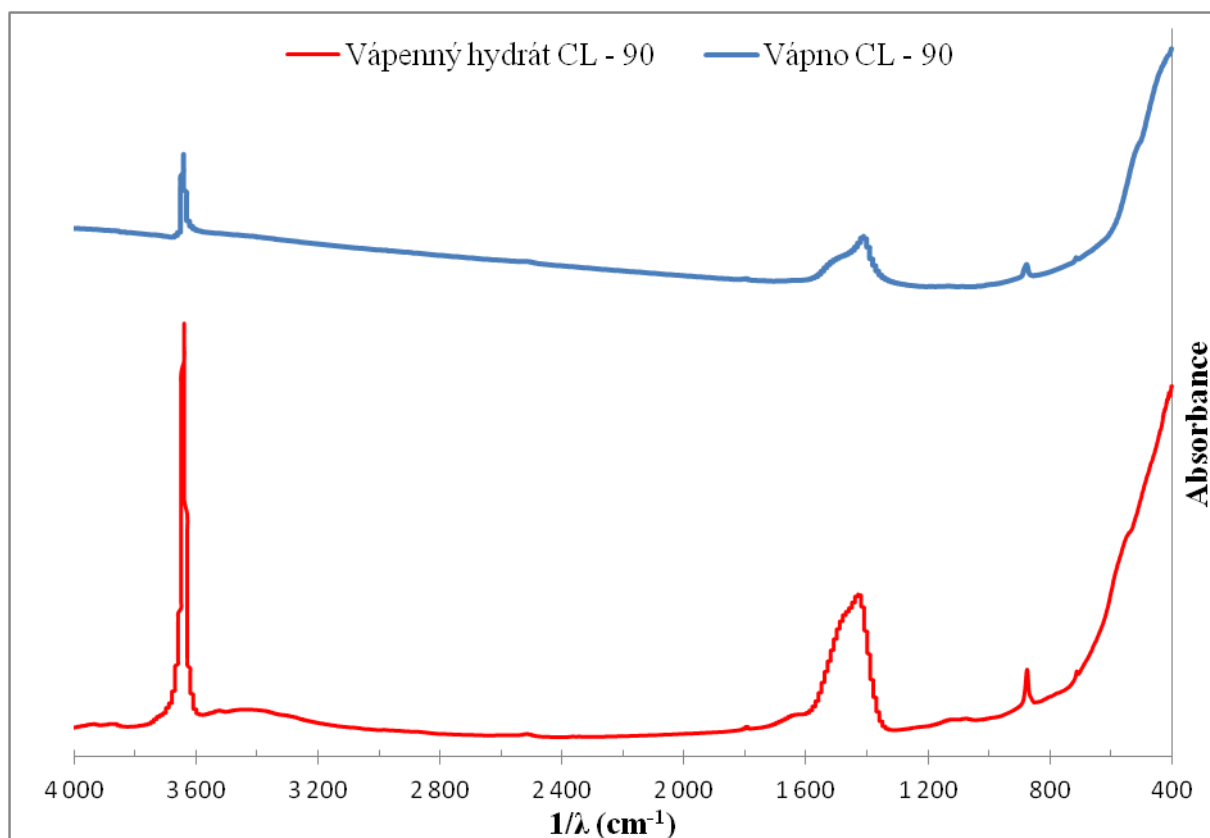


Obrázek 45: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 31: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)							
	803	780	722	685	638	572	467	418
Secar 71	820	804	724	681	657	-	-	-
	638	572	539	446	419	-	-	-

V oblastech vysokých energií střední IR oblasti nepozorujeme u analyzovaných vzorků výraznou absorbanci. Malé zvyšování absorbance u vlnočtů vyšších než 2 400 cm⁻¹ způsobuje navlhnutí látek při přípravě KBr tablety. Mezi 900 až 760 cm⁻¹ se ve spektru nachází absorpční pás valenčních vibrací Al-O vazby. Mezi vlnočty 600–500 cm⁻¹ a okolo 400 cm⁻¹ se nachází absorpční pás iontu [AlOH₄]⁻. [25-27]

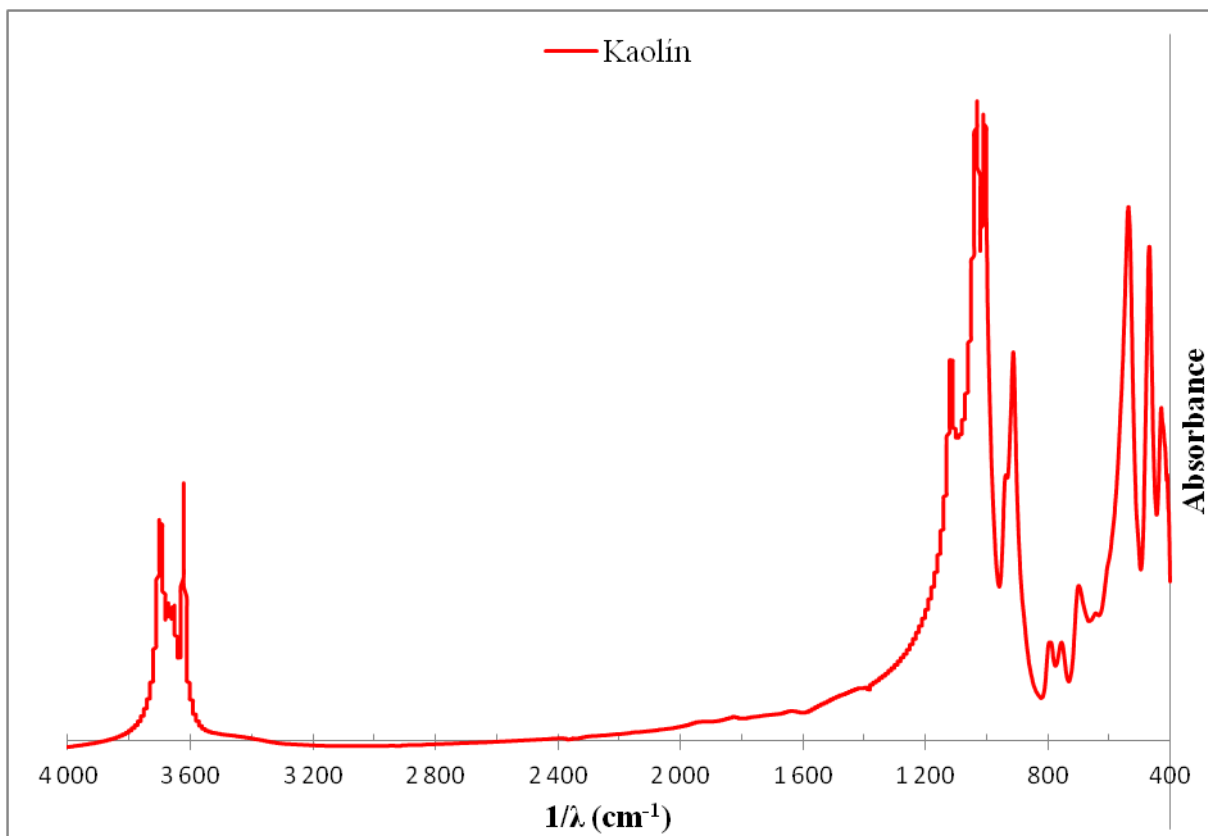


Obrázek 46: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 32: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm⁻¹)		
Vápenný hýdrát CL - 90	3 642	1 429	876
Vápno CL - 90	3 641	1 410	875

Na počátku oblasti vysokých energií střední IR oblasti je pozorován u zkoumaných vzorků velmi intenzivní absorpční pás, který indikuje přítomnost portlanditu. Portlandit ve shodě s ostatními hydroxidy alkalických zemin vykazuje ve spektru ostrý intenzivní pás valenční vibrace O-H vazby, kterému náleží vlnočty 3 641 resp. 3 642 cm⁻¹. Na tomto grafu vidíme oblast pásu vymezeného vlnočty 1 500 až 1 400 cm⁻¹. Tyto oblasti znamenají výskyt iontu CO₃²⁻. [25-27]



Obrázek 47: Naměřená spektra metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Tabulka 33: Naměřené vlnočty metodou FT-IR po takové látce v oblasti MIR

Materiál	1/λ (cm ⁻¹)					
	3 697	3 620	1 115	1 031	1 007	912
Kaolín	789	755	698	536	468	429

Hydroxylovým skupinám na vnější straně dioktaedrické sítě kaolinitu náleží ve spektru vibrační módy s maximem absorpce při vlnočtech 3 697 a 3 620 cm⁻¹. Tyto pásy náleží valenčním vibračním AlO-H vazby. Nad oblastí omezenou vlnočty 1 120 až 850 cm⁻¹ se nacházejí valenční módy vibrací tetraedrické vrstvy kaolinitu. Maximum absorpčního pásu valenční vibrace Si-O vazby se ve spektru nachází na vlnočtu 1 115 cm⁻¹. Pásy v oblasti 1 031 a 1 007 cm⁻¹ jsou interpretovány jako asymetrické a symetrické valenční vibrace Si-O-Si můstku. Rovinnou deformační vibrací hydroxylových skupin náleží pásu o vlnočtu 912 cm⁻¹. Dalšími typickými translačními módy vibrací hydroxylových skupin jsou pásy o vlnočtech 789 a 755 cm⁻¹. Při maximu vlnočtu 537 cm⁻¹ se objevuje pás náležící deformaci Si-O-Al můstku. Na nižších vlnočtech 698, 468 a 429 cm⁻¹ v daleké IR oblasti se nacházejí perpendikulární a deformační módy Si-O vazby. [25-27]

6 ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo posoudit, které z výše uvedených metod jsou vhodné pro analýzu a identifikaci konkrétních skupin anorganických látek. Pro analyzování anorganických vzorků heterogenní povahy byly v této bakalářské práci použity dvě metody, a to metoda pomocí ATR nástavce a metoda KBr tablet.

Metodu pomocí ATR nástavce lze zhodnotit jako jednodušší na provedení a rychlejší. Není nutná náročná příprava vzorků. V případě výskytu hrubých krystalických částic je nutné rozetřít zkoumaný materiál v třecí misce. Výsledná spektra pomocí této metody jsou exaktní. Spektra nejsou ovlivňována vnějšími vlivy, jako je například vzdušná vlhkost. Metoda byla měřena ve střední IR oblasti a v daleké IR oblasti.

Metoda pomocí KBr tablet je časově náročná. Náročná část této metody je příprava tablet. Vylisovaná tableta je následně vložena do měřicí komory, která obsahuje vzduch téměř zbavený vlhkosti. V této části měření, není již vzorek toliko ovlivněn vzdušnou vlhkostí jako při přípravě tablet a přenášení. Metoda byla měřena ve střední i v daleké IR oblasti.

Ze všech výše uvedených výsledných spekter analyzovaných anorganických vzorků heterogenní povahy vyplývá, že pomocí obou metod lze získat velmi kvalitní spektra. Bylo ověřeno, že obě měřicí metody pomocí KBr tablet a pomocí ATR nástavce jsou vhodné pro měření a identifikaci anorganických látek heterogenní povahy.

Z naměřených výsledků lze konstatovat, že pro dalekou IR oblast není příliš vhodné použití metody KBr tablet, neboť vzniklá spektra jsou zpravidla ovlivněna vlhkostí, která byla do vzorku vnesena během přípravy, jenž v dané oblasti díky své intenzitě výrazně ovlivňují ostatní píky.

Ve střední IR oblasti je vliv vnesené vlhkosti téměř zanedbatelný, neboť se fragmenty vnesené vlhkosti nepřekrývají s hlavními fragmenty v této práci studovaných anorganických látek.

U metody pomocí ATR nástavce dochází k ovlivnění spektra vlivem vlhkosti jen velmi málo a v některých případech je zanedbatelné. Dle provedených analýz v rámci zpracování této bakalářské práce lze doporučit použití ATR nástavce při obdobných chemických analýzách.

Celkově můžeme konstatovat, že metoda FT-IR je použitelná pro měření anorganických heterogenních vzorků. Je si však potřeba uvědomit, že vždy je potřeba zvolit vhodnou metodu a instrumentaci a to tak, aby vzhledem k povaze vzorku byla chyba měření co nejmenší a měření bylo reprodukovatelné.

7 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] OPEKAR, František, Ivan JELÍNEK, Petr RYCHLOVSKÝ a Zbyněk PLZÁK. *Základní analytická chemie: pro studenty, pro něž analytická chemie není hlavním studijním oborem*. 1. vyd. Praha: Karolinum, 2003, 201 s. ISBN 80-246-0553-8.
- [2] KLÍČ, Alois, Miroslava DUBCOVÁ a Karel VOLKA. *Fourierova transformace: S příklady z infračervené spektroskopie*. Vyd. 3. Praha: VŠCHT, 2002, 196 s. ISBN 80-708-0478-5.
- [3] STUPŇÁNKOVÁ, Magda. *Infračervené záření v současnosti*. Brno, 2009. 51 l. Bakalářské práce. Masarykova univerzita, Lékařská fakulta. Vedoucí práce MUDr. Věra Maryšková.
- [4] NOVOTNÁ, Miroslava. *Laboratoř molekulové spektroskopie: Infračervená spektroskopie* [online]. Praha. VŠCHT, 2010 [cit. 2014-03-27]. Dostupné z: <http://lms.vscht.cz/Zverze/Infrared.htm>
- [5] KANIA, Patrik. INFRAČERVENÁ SPEKTROMETRIE. *VŠCHT: Ústav analytické chemie* [online]. Praha, 2007, 3. 2. 2014 [cit. 2014-03-27]. Dostupné z: www.vscht.cz/anl/lach1/7_IC.pdf
- [6] KLOUDA, Pavel, Petr MARŠOLEK, Karel MERTA, a Zdeňka ČERMÁKOVÁ. *Moderní analytické metody*. 2., upr. a dopl. vyd. Ostrava: Pavel Klouda, 2003, 132 s. ISBN 80-863-6907-2.
- [7] SOMMER, Lumír. *Základy analytické chemie II*. Vyd. 1. V Brně: Vutium, 2000, 347 s. ISBN 80-214-1742-0.
- [8] KOŘISTKOVÁ, Tamara. *Calculi: Laboratoř pro analýzu močových konkrémentů* [online]. 2004, 26.1.2010 [cit. 2014-03-25]. Dostupné z: <http://www.calculi.cz/ic.php>
- [9] STUART, Barbara, William O. GEORGE a Peter S. MCINTYRE. *Modern infrared spectroscopy: Analytical Chemistry by Opening Learning*. Chichester: John Willey, 1996, 180 s. ISBN 04-719-5917-0.
- [10] OTYEPKOVÁ, Eva, Libor KVÍTEK, Michal OTYEPKA a Aleš PANÁČEK. Cvičení z vybraných fyzikálně-chemických metod: Infračervená spektroskopie. *Univerzita Palackého v Olomouci: Katedra fyzikální chemie* [online]. 2004 [cit. 2014-03-27]. Dostupné z: http://fch.upol.cz/skripta/zfcm/ir/ir_teorie.htm
- [11] SVĚTLÍK, Jan. *Molekulová spektroskopie a optické metody*. 1. vyd. Bratislava: Vydavateľstvo UK, 2006, 81 s. ISBN 80-223-2173-7
- [12] INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE. *VŠCHT: Fakulta potravinářské a biochemické technologie: Ústav konzervace potravin* [online]. Praha, 2012 [cit. 2014-04-28]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/ktk/www_324/lab/texty/ana/IC.pdf

- [13] KELLNER R, J – M MERMET, M OTTO a H M WIDMER *Analytical chemistry: the approved text to the FECS curriculum analytical chemistry*. Weinheim: Wiley-VCH, 1998, 916 s. Selection of advanced textbooks in analytical chemistry. ISBN 35-272-8881-3.
- [14] *PerkinElmer* [online]. [cit. 2014-03-20]. FT-IR Spectroscopy Attenuated Total Reflectance. Dostupné z WWW: http://las.perkinelmer.com/content/TechnicalInfo/TCH_FTIRATR.pdf
- [15] MIERTUŠ, Stanislav. *Atómová a molekulová spektroskopie*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1992, 351 s. ISBN 80-050-0946-1.
- [16] SKOOG, Douglas A a James J LEARY. *Principles of instrumental analysis: Infrared Absorption Spectroscopy*. 4th ed. Fort Worth: Harcourt Brace College Publishers, 1992, 700 s. ISBN 00-307-5398-8.
- [17] HARRIS, Daniel C. *Quantitative chemical analysis*. 4th ed. New York: W.H. Freeman and Company, 1995, 837 s. ISBN 07-167-2508-8.
- [18] Monochromator. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001-, last modified on 24 February 2014 [cit. 2014-03-25]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Monochromator>
- [19] *Oregon State University: Department of Chemistry* [online]. Oregon, 2014, 03.10.2014 [cit. 2014-03-26]. Dostupné z: <http://chemistry.oregonstate.edu/courses/ch361-464/ch362/irinstrs.htm>
- [20] SKOOG, Douglas A, F HOLLER a Stanley R CROUCH. *Principles of instrumental analysis*. 6th ed. / Belmont, CA: Thomson Brooks/Cole, c2007, xv, 1039 p. ISBN 04-950-1201-7.
- [21] GÜNZLER, Helmut a Alex WILLIAMS. *Handbook of analytical techniques: Infrared and Raman spectroscopy*. Weinheim (Německo): Wiley-VCH, 2001, xiv, 559 s. ISBN 35-273-0165-8.
- [22] Thermo Scientific: Nicolet™ iS™10 FT-IR Spectrometer. *Laboratory FTIR* [online]. 2012 [cit. 2014-04-23]. Dostupné z: <http://www.thermoscientific.com/en/product/nicolet-is-10-ft-ir-spectrometer.html>
- [23] THERMO FISHER SCIENTIFIC INC. *Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR Spectrometer: Improving Productivity through Compact Automation*. 2012. Dostupné z: http://www.nicoletcz.cz/userfiles/file/Aplikace/AN52416_E%201212M_L.pdf
- [24] TRYSTOM, spol. s r.o. *Hydraulický lis H-62*. Olomouc, [2013]. Dostupné z: <http://www.trystom.eu/publicdoc/hydraulicky-lis-h-62.pdf>
- [25] HORÁK, Milan, D PAPOUŠEK, R ŘEŘIČKA, J MORAVEC, J ŠTOKR a B STRAUCH. *Infračervená spektra a struktura molekul: Použití vibrační spektroskopie při určování struktury molekul*. Vyd. 1. Praha: Academia, nakladatelství Československé akademie věd, 1976, 840 s.

- [26] PTÁČEK, Petr. *Mechanismus a kinetika tepelných přeměn kaolinitu v technologii silikátů a pokročilé technické keramiky*. Brno, 2011. 64 s. Habilitační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů.
- [27] PTÁČEK, Petr, J HAVLICA, F ŠOUKAL, T OPRAVIL a J BARÁČEK. Spektroskopické (FT-IR) a kalorimetrické stanovení vlivu popela z masokostní moučky na průběh hydratace cementového pojiva s kombinovaným obsahem vedlejších oxidů. Brno, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie a technologie materiálů.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

ATR	zeslabená totální reflektance (Attenuated Total Reflectance)
A	absorbance
c	látková koncentrace
DRIFT	difúzní reflektance (diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy)
DTGS	deuterovaný triglycerinsulfát
d_p	hloubka průniku
FIR	daleká infračervená oblast
FT – IR	Fourierova transformace infračerveného záření
IR	infračervené záření
K	kelvin
l	délka
MCT	Mercury – Cadmium – Tellurid (HgCdTe)
MIR	střední infračervená oblast
mj.	mimojiné
NIR	blízká infračervená oblast
n	index lomu
R	reflektance
resp.	respektive
SUK	speciálně umletý křemičitý písek
T	transmitance
tj.	to jest
ν	frekvence
λ	vlnová délka
θ	úhel
ε	molární absorpční koeficient
$\tilde{\nu}$	vlnčet, reciproká vlnová délka vyjádřená v cm^{-1}
\varnothing	intenzita záření